

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-219720

(43)Date of publication of application : 08.08.2000

(51)Int.Cl.

C08G 18/32

C08L 75/04

// C09D 11/10

(21)Application number : 11-361870

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 20.12.1999

(72)Inventor : TITTERINGTON DONALD R
KING CLIFFORD R
WEDLER WOLFGANG G
HAHN DANIEL R
BANNING JEFFERY H

(30)Priority

Priority number : 99 240049 Priority date : 29.01.1999 Priority country : US

(54) URETHANE RESIN

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a urethane resin which is a reaction product of an isocyanate with alcohol containing a monohydric linear alcohol having a specified carbon chain length, a monohydric aromatic alkoxyethylated alcohol and a monohydric fused-ring alcohol and a reinforcing agent and is useful for a phase-change ink carrier composition.

SOLUTION: A monohydric linear alcohol having a carbon chain length of 20 or higher is used. A chromogen containing a nucleophilic reagent is optionally used. Hydroxyethyl alcohol, octylphenol ethoxylate, and octadecyl alcohol are preferred as alcohols to be reacted with a polyisocyanate; generally, an alkoxyethylated alcohol is suitable. Octadecanol is preferred as an alcohol to be reacted with a monoisocyanate. A hydroxy-containing compound is preferable as the reinforcing agent. The reaction is conducted suitably at about 60-160° C in the presence of a urethanizing catalyst.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-219720

(P2000-219720A)

(43) 公開日 平成12年8月8日(2000.8.8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
C 0 8 G 18/32		C 0 8 G 18/32	A
C 0 8 L 75/04		C 0 8 L 75/04	
// C 0 9 D 11/10		C 0 9 D 11/10	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 34 頁)

(21) 出願番号	特願平11-361870	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22) 出願日	平成11年12月20日(1999.12.20)	(72) 発明者	ドナルド・アール・ティッカーリントン アメリカ合衆国 オレゴン州 97124 ト ウアラティン サイレッツ・ドライブ 10185
(31) 優先権主張番号	0 9 / 2 4 0 , 0 4 9	(72) 発明者	クリフォード・アール・キング アメリカ合衆国 オレゴン州 97301 セ ーラム マハロ・コート 3011
(32) 優先日	平成11年1月29日(1999.1.29)	(74) 代理人	100079049 弁理士 中島 淳 (外3名)
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ウレタン樹脂

(57) 【要約】

【課題】 相変化インクに用いた際の粘性を比較的低くすると共に、耐久性を改善する。

【解決手段】 イソシアネートと；炭素連鎖長が20以上の直鎖一価脂肪族アルコール、一価芳香性アルコキシ化アルコール、一価縮合環アルコールを含む複数のアルコールと；強化剤と；から成る複数の成分の反応生成物からウレタン樹脂を作る。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 イソシアネートと、炭素連鎖長が20以上の直鎖一価脂肪族アルコール、一価芳香性アルコキシ化アルコール、一価縮合環アルコールを含む複数のアルコールと、強化剤とから成る複数の成分の反応生成物であるウレタン樹脂。

【請求項2】 イソシアネートと、炭素連鎖長が20以上の直鎖一価脂肪族アルコール、一価芳香性アルコキシ化アルコール、一価縮合環アルコールを含む複数のアルコールと、強化剤とから成る複数の成分の反応生成物であるウレタン樹脂。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、一般に、相変化インクに関する。特に、本発明は、相変化インク・キャリア組成物に用いるウレタン樹脂に関する。この相変化インク・キャリア組成物は、複数のウレタン樹脂、少なくとも1つのアミド・ワックスと、オプションとして少なくとも1つのポリウレタン・ワックスとを含有することができる。また、本発明は、かかるキャリア組成物に着色材料を添加して形成したプリント・アプリケーションに有用なインクに関する。かかるウレタン樹脂は、強化剤を含んでいる。かかる樹脂から作った相変化インクを、複写写真に用いる紙に画像を形成する際に用いると、ドキュメントを送り能力を改善できる。

【0002】

【従来の技術】一般的に、相変化インク（「ホット・メルト・インク」と呼ばれることもある）は、周囲温度で固相であるが、インク・ジェット印刷装置の上昇した動作温度では液相で存在する。インク・ジェット動作温度において、液相インク滴が印刷装置から噴射される。このインク滴が印刷媒体の表面に接触すると、これらインク滴は、凝固して、凝固したインク滴の所望パターンを形成する。また、相変化インクは、シエグウェーク・ファブリアブリック・キラー、ドクター・ラングアンド・カンパニー（Siegwirk Farbenfabrik Keller, Dr. Rung & Co.）に譲渡されたアメリカ合衆国特許第5496879号、並びにドイツ国特許公報第DE4205636A1号及びDE4205713A1号に記載されているように、グラビア印刷の如き他の印刷技術への利用にも研究されている。

【0003】カラー印刷用の相変化インクは、一般に、相変化インク溶解性着色剤と化合した相変化インク・キャリア組成物を有する。好適には、着色（カラー）相変化インクは、上述のインク・キャリア組成物と相溶性減法原色の着色剤とを化合して構成される。本発明の減法原色相変化インクは、4つの成分、即ち、シアン、マゼ

ンタ、黄色及び黒の成分から構成できる。アメリカ合衆国特許第4889506号、第4889761号及び第5372852号は、一般的に用いる減法原色着色剤が、カラー・インデックス（C.I.）溶解性染料、分散染料（Disperse Dyes）、改良酸及び直接染料（modified Acid and Direct Dyes）、並びに限られた数の塩基性染料のクラスからの染料で構成してもよいことを開示している。また、着色剤は、コーツ・エレクトログラフフィク・リミティド（Coates Electrographics LTD.）に譲渡されたアメリカ合衆国特許第5221335号に例示された顔料を含むこともできる。本願出願人に譲渡されたアメリカ合衆国特許第5621022号は、相変化インク組成物内に、ポリマー（高重合体、高分子）の特定等級を使用することを記載している。

【0004】相変化インクは、輸送中や、長期間の保管などにおける室温で固相のままなので、インク・ジェット印刷にも望ましい。さらに、インク蒸発によるノズル詰まりに関連した問題を大幅に削減できるので、インク・ジェット印刷の信頼性を改善する。また、インク滴が印刷媒体に直接加えられる上述の従来の相変化インク・ジェット印刷においては、インク滴がサブストレーツに接触すると直ちに凝固し、印刷媒体におけるインクの移動を防止し、ドット品質が改善される。これは、本明細書で述べる処理及びインク組成物に関して事実である。

【0005】相変化インク・ジェットのインクで用いる物質に関して、上述のアメリカ合衆国特許の他にも多くの特許がある。代表的な例としては、アメリカ合衆国特許第3653932号、第4390396号、第4484948号、第4684956号、第4851045号、第4889506号、第5006170号、第5151120号や、ヨーロッパ特許出願第0187352号及び第0208286号などがある。これら物質には、パラフィン蠟、マイクロクリスタリン・ワックス（微晶蠟）、ポリエチレン・ワックス、エステル・ワックス、脂肪酸及びその他のワックス（蠟）物質、脂肪酸アミド（fatty amide）含有物質、スルホンアミド（サルファリド）物質、異なる天然物（例として、タル油ロジン及びロジン・エステル）及び多くの合成樹脂から作った樹脂物質、オリゴマー（低重合体）、ポリマー（高重合体）及びコポリマー（共重合体）が含まれる。

【0006】また、1994年7月7日に発行され、コーツ・ブラザーP.L.C.に譲渡されたP.C.T.特許出願第W094/14902号は、着色剤として、ホット・メルト・インク用のビシクとして、融点が少なくとも65°Cのオリゴウレタンとを含有したホット・メルト・インクを開示している。このオリゴウレタンは、脂肪族又は芳香族ジイソシアネートを少なくとも計算量の（a）一価アルコール成分、又は（b）別の異なる一価アルコール成分の結果としての一価アルコール成分、又は（c）一

価アルコール成分の結果としての二価アルコール成分の結果としての一価アルコール成分と反応させて得ている。

【0007】このPCT特許出願では、一価アルコール成分を、一価脂肪族アルコール（例えば、 $C_1 \sim C_{22}$ のアルコール）；エーテル化二価脂肪族アルコール（例えば、プロピレン・グリコール・メチル・エーテル（PGME）、ジプロピレン・グリコール・メチル・エーテル（DPGME）、エチレン・グリコール・ブチルエーテル（EGBE）、ジエチレン・グリコール・ブチルエーテル（DPGBE）、トリプロピレン・グリコール・ブチルエーテル（TPGBE）及びプロピレン・グリコール・フェニル・エーテル（PPL））；エーテル化二価脂肪族アルコール（例えば、エステル化酸（esterifyng acid）が、エチレン化された未飽和酸（アクリル酸又はメタクリル酸）でもよいので、エチレンの未飽和をオリゴウレタンに導入し、ホット・メルト印刷によりサブストレートに加えた後に、最後の更なる付加的な重合（硬化）に適するようにする）；又は二価ポリリアルキレン・グリコールとしている。さらに、このPCT特許出願は、二価アルコール成分を、二価脂肪族アルコール又は二価ポリリアルキレン・グリコール（例えば、エチレン・グリコール、ポリエチレン・グリコール（PEG1500）、ポリプロピレン・グリコール（PEG750、1000及び1500）、トリメチレン・グリコール、ジプロピレン・グリコール、メチルプロパンジオール及び1、6-ヘキサジオール）としている。

【0008】また、ゼネラル・エレクトリック・カンパニーに譲渡されたPCT特許出願第W94/04619号は、アイオノマー（ionameric）物質を画像形成薬剤と組み合わせ、ホット・メルト・インク・ジェット用インクを形成することを記載している。アイオノマー物質は、多くの異なる形式のコポリマー又はポリマー・アイオノマーを含むことができる。これらアイオノマーには、ジオール又はポリオール及びヒドロキシル酸から調製したカルボキシル機能性ポリウレタンを含んでいる。このPCT特許出願では、多くの他のキャリア物質及び着色剤が、その発明の画像形成薬剤用に含まれている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】相変化キャリア組成物と、これらキャリア組成物を含有した相変化インクの新規で異なるアプリケーションに対して新たな材料が依然必要とされている。また、相変化インク・ジェットや、相変化インク・プリントの他の形式用に企画され、非ポリマー樹脂とワックスとを含み、粘性が比較的低い樹脂も求められている。さらに、写真複写機に自動供給するのが確実で容易である画像出力を形成するのに用いるため、相変化インクの必要性も存在する。したがって、本発明は、特定のアプリケーション用に対して、これら樹

脂材料の特性を調整して、上述の必要性を解決するものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の概念の1つは、選択したイソシアネートと、選択したアルコール、又は選択したアルコールの混合物との反応生成物を含み、強化剤を有するウレタン樹脂相変化物を得ることである。

【0011】本発明の別の概念は、少なくとも1つのポリエチレン・ワックスを有するか又は有さない少なくとも1つのウレタン樹脂の混合物と、相変化相溶性着色料とから相変化インク組成物を作ることである。

【0012】本発明の他の概念は、選択したイソシアネートと、選択したアルコールの混合物、又は選択したアルコール及びクロモゲン（chromogen）含有の求核試薬（nucleophiles; 求核剤）の混合物との反応生成物を含む着色ウレタン樹脂相変化物を得ることである。

【0013】本発明の特徴は、イソシアネートとの反応に用いる少なくとも1つのアルコールが、2.0以上の炭素連鎖長の直鎖一価脂肪族アルコールであることである。

【0014】本発明の特徴は、強化剤を有するウレタン樹脂相変化物を用いて得た相変化インク・キャリア組成物と、かかるキャリア組成物から得た相変化インクが、液相での粘性が低く、固相でのガラスに対する摩擦係数が低いことである。

【0015】本発明の特徴は、ウレタン樹脂相変化物と、かかる化合物から作った相変化インクとが、最終受けサブストレート、即ち、最終受け媒体委に供給した際に、強固で、耐久性を有することである。

【0016】本発明の利点は、イソシアネート誘導樹脂を調整して、特定のプリント・プラットフォーム及びアプリケーションにおける所望特性を得るように調整できることである。

【0017】本発明の他の利点は、イソシアネート誘導樹脂が非常に純粋（pure）で、塩及びその他の不溶性異物が影響されないことである。

【0018】上述及びその他の概念、特徴及び利点は、選択したイソシアネートと選択したアルコールとの反応生成物を用いて、強化剤を有する着色又は非着色樹脂を生成することにより得ることができる。また、相変化インクに混入した場合、直接又は間接プリント・アプリケーションにおいて利用できるように、摩擦係数を小さくできる。このウレタン樹脂を、相変化インク内でアミド及びポリエチレン・ワックスと混合してもよい。

【0019】

【発明の実施の形態】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「求核試薬」は、ジョン・ウィレイ・アンド・サンズ（John Wiley and Sons）から1985年に出版されたジェリ・マーチ（Jerry March）著「先進の有機化学（Advanced Organic Chemistry）」3版の17

9 ページで定義されているの様に用いる。なお、この出版物は、電子対を反応させて、新たな化学結合を形成することを記載している。本発明の好ましい求核試薬は、アルコール又はアミンであるが、イソシアネート成分と反応できる他の求核試薬機能グループも、本発明に利用できる。

【0020】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「オリゴマー（低重合体）」は、1984年にマーセル・デッカー・インコーポレイテッド (Marcel Dekker, Inc.) が発行したポール・ヒエマンズ (Paul Hiemenz) 著「ポリマー化学、基本概念 (Polymer Chemistry-The Basic Concepts)」の7ページに定義されているのと同様である。なお、この出版物は、 n (繰り返しモノマー単位の数を表す) が10未満の分子を意味する用語を記載している。

【0021】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「イソシアネート誘導樹脂」は、モノ・イソシアネート、ジ・イソシアネート又はポリ・イソシアネートを、適切な求核試薬分子との混合物と反応させて誘導した反応の非重合体 (モノマー)、低重合体 (オリゴマー)、又は非重合体 (ノンポリマー) の樹脂物質と定義される。

【0022】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「イソシアネート誘導ワックス」は、脂肪族イソシアネートと適切な求核試薬との反応、脂肪族求核試薬と適切なイソシアネートとの反応、又は脂肪族求核試薬と脂肪族イソシアネートとの反応から導出した任意の結晶性又は半結晶性ワックス物質と定義される。

【0023】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「ウレタン樹脂」及び「ウレタン・イソシアネート誘導樹脂」は、イソシアネート及びアルコールの反応生成物であるウレタンである任意の樹脂と定義される。

【0024】特許請求の範囲を含む本願明細書で用いる用語「混合ウレタン/ウレア樹脂」及び「ウレタン/ウレア・イソシアネート誘導樹脂」は、イソシアネート、アルコール及びアミンの反応生成物である混合ウレタン/ウレアである任意の樹脂と定義される。

【0025】アルコール及び/又はイソシアネートを縮合 (凝縮) させて、ウレタン又は混合ウレタン/ウレア化合物を作るための適切な反応条件が、本発明の実施例で使用できる。好適には、ジブチル錫ジラウレート、ビスマス・トリス・ネオオクタノート、コバルト・ベンゾアト、リチウム・アセテート、オクタン酸第一錫、又はトリエチルアミドなどのウレタン反応触媒が存在する中での上昇した温度 (例えば、約 80°C から約 180°C) で、反応を実行する。好ましくは、この反応条件は、アルゴン又は窒素ガス、又は他の適切な不活性ガステ中で処理されて、反応生成物が酸化したり黄変するのを防止すると共に、望ましくないサイド反応も防止する。反応物のモル比を調整して、一般的に残留したわず

かなモルのアルコール又はアミンとの反応において、イソシアネート官能基を完全に消費する。したがって、この反応物を、互いに任意の順序に追加できるし、及び/又は物理的混合物として反応に追加できる。しかし、本発明の好適な実施例においては、いくつかの理由により、反応条件と、反応物を添加する順序を注意深く制御する。第1に、反応条件及び反応物の添加を選択して、発熱反応を制御する。第2に、アルコール及び/又はアミンの混合物を、イソホロン・ジイソシアネート (IPDI) の如きジイソシアネートと反応させるとき、イソシアネート及び異なる求核試薬を反応に添加する順序を選んで、最終樹脂内のジウレタン分子、及び/又は混合したウレタン/ウレア、及び/又はジウレア分子の配分を制御する。これを行う際、IPDIにおける2つの分離したイソシアネート・グループの異なる反応性のように、アルコールのイソシアネートと、アミンとの異なる反応性を利用する。1982年にアメリカ合衆国ニューヨーク州ニューヨークのインターサイエンス (Interscience) が発行したジェイ・エッチ・サウダース (J.H. Saunders) 及びケー・シー・フリッシュ (K. C. Frisch) の「ポリウレタン第1部、化学 (Polyurethanes Part I, Chemistry)」と、オリン・ケミカルズ・ラウセイト (Olin Chemicals' Luxate; 商標) IM イソホロン・ジイソシアネート技術生成物情報の印刷物を参照されたい。これらは、この化学について更に説明している。最終樹脂内の分子種の異なる形式を特別に処理したりカスタマイズするように、反応条件及び反応物添加順序を制御するので、樹脂は、(1) 特定の用途に向く制御された粘性を有し、(2) 制御されたガラス転移温度及び/又は軟点を有し、(3) パッチからパッチに対して一致した特性を有する。

【0026】これら反応によるイソシアネート誘導樹脂は、一般に、軟点が約 20°C から約 150°C の範囲で、 150°C における粘度が約 1 cPs (センチポイズ) から約 5000 cPs の範囲で、 T_g が約 -30°C から約 100°C の透明固体である。これら反応によるイソシアネート誘導ワックスは、一般に、明瞭な (シャープな) 軟点が約 50°C から約 130°C で、 140°C における粘度が約 1 cPs から約 25 cPs の範囲の不透明ワックス固体である。イソシアネート誘導樹脂及びワックスは、 T_g を高くし、軟点を高くすると、粘度も高くなる特性を示す。構造上の活性化関係は完全には理解されていないが、以下の表1に示すように、反応における求核試薬の混合物を適切に選択することにより、イソシアネート誘導樹脂の T_g を制御できることが知られている。化学先駆物質として用いる入手が容易な1種類又はそれ以上の多様な汎用化学薬品により、イソシアネート誘導樹脂及びワックス物質の性質をカスタム調整できる。

【0027】

【表1】

表1 IPIDで反応させたアビエチン・アルコール及びステアリル・アミ ドの混合物	
アルコール/アミンの比	T _g /融点/粘度
100%アルコール (実施例1)	48° C/72-76° C/ 140° Cで4079cP
75%アルコール/ 25%アミン (実施例2)	23° C/68-87° C/ 140° Cで3150cP
62.5%アルコール/ 37.5%アミン (実施例3)	17° C/68-89° C/ 140° Cで2750cP
50%アルコール/ 50%アミン (実施例4)	16° C/73-110° C/ 140° Cで15.7cP

【0028】本発明のイソシアネート誘導ワックス及び樹脂を作るために、二官能価及びそれよりも高い官能価のイソシアネートと反応する好適なアルコールには、任意の一価アルコールが含まれる。例えば、一価アルコールは、任意の脂肪族アルコール【例えば、メタノール、エタノール、(n-及びイソ-)プロパノール、(n-, イソ-, t-)ブタノール、(n-, イソ-, t-)などのペンタノール、(n-, イソ-, t-)などのヘキサノール、(n-, イソ-, t-)などのオクタノール、(n-, イソ-, t-)などのノナノール (nonanol)、(n-及び枝分かれの)デカノール、(n-及び枝分かれの)アンデカノール (undecanols)、(n-及び枝分かれの)ドデカノール、(n-及び枝分かれの)ヘキサデカノール (hexadecanols)、(n-及び枝分かれの)オクタデカノール (octadecanols)、3-シクロヘキシル-1-プロパノール、2-シクロヘキシル-1-エタノール、シクロヘキシルメタノール、シクロヘキサノール、4-メチル-シクロヘキサノール、4-エチルシクロヘキサノール、4-t-ブチルシクロヘキサノールなどのC₁-C₂₂又は高極線形アルコール、任意の枝分かれアルコール、又は任意の環状脂肪族アルコール】と；脂肪族/芳香族アルコール【例えば、ベンジル・アルコール；オクチル；ノニル (nonyl)；オクチル、ノニル及びドデシルフェノールのドデシルフェノール・アルコキシル；アルコキシルフェノール】と；フェノール、ナフトールなどの芳香族アルコール及びそれらの誘導体と；溶融環状アルコール（例えば、ロジン・アルコール、ヒドロアビエチル・アルコール、コレステリン、ビタミンEなど）及びその他の適切なアルコール（例えば、N, N-ジメチル-N-エタノールアミン、

ステアラミド・モノエタノールアミン、トリプロピレングリコール・モノメチルエーテル、ヒドロキシブタンोन (hydroxybutanone)、メントール、イソボルネオール、テルピネオール、1,2-ヒドロキシ・ステアリル・ステアラミドなど)でよい。望むならば、ポリオールのわずかな量（モルを基準として）も反応混合物に混和して、樹脂内にオリゴマー化学種を作れることが当業者には明らかであろう。好ましいアルコールは、ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート (ethoxylate) 及びオクタデシル・アルコールである。一般的には、この反応には、アルコキシル化 (alkoxylated) アルコールが適する。ここでは、アルコキシル化材料をエチレンの酸化物、プロピレン、ブチレン、スチレン、及びこれらの化合物から選択する。

【0029】相変性インクの摩擦係数を小さくできるウレタン樹脂を作るために、イソシアネートと反応させるのに用いる最適なアルコールは、炭素連鎖長が20以上の直鎖一価脂肪族アルコールである。

【0030】本発明のイソシアネート誘導ワックス及び樹脂を作るのに二官能価及び高次のイソシアネートと反応させるのに好ましいアミンには、他の求核試薬機能のグループ（例えば、トリエチルアミン）を除いた三次アミンを例外として、任意の一官能価アミンがある。例えば、モノアミンは、メチル・アミン、エチル・アミン、(n-及びイソ-)プロピル・アミン、(n-, イソ-, t-)ブチル・アミン、(n-, イソ-, t-)などのペンチル・アミン、(n-, イソ-, t-)などのヘキシル・アミン、(n-, イソ-, t-)などのオクチル・アミン、(n-, イソ-, t-)などのノニル・アミン、(n-及び枝分かれの)デシル・アミン、(n

及び枝分かれの) ウンデシル・アミン、(n-及び枝分かれの) デシル・アミン、(n-及び枝分かれの) ヘキサデシル・アミン (n-及び枝分かれの) デシル・アミン、ジメチル・アミン、ジエチル・アミン、ジ(n-及びイソ) プロピル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-) ブチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) ペンチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) ヘキシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) シクロヘキシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) ヘプチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) オクチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) デシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) オクタデシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの) オクタデシル・アミン、シクロヘキシル・アミン、2, 3-ジメチル-1-シクロヘキシル・アミン、ペリリン、ピロリジンなどの任意の脂肪族1次又は2次アミン【例えば、C₁-C₁₂又は高級線形アミン、任意の枝分かれアミン、又は任意の環状脂肪族アミン】と；脂肪族芳香族アミン（例えば、長い又は付加的なアルキル鎖を有するベンジル・アミンは類似物質）；アニリン、アネジジンなどの如き芳香族アミン；ロジン・アミン、ヒドロロアピエチル・アミン、ジヒドロロアピエチル・アミン、ヒドロロアピエチル・アミンなどの溶融環状アミン；及びその他のアミン【例えば、アダマンチン (adamantyl) アミン；イソニペクトアミン (isonipectamides)；アメリカ合衆国テキサス州オースチンのハントスマン (Huntsman) ケミカル・カンパニーから市販されているM-シリーズ・ジェファミンの如きポリオキシアルキレンモノアミン (polyoxyalkylmonoamines)；2, 3'-ジアミノ-N-メチルジプロピルアミン；などでよい。もし望むならば、わずかな量の(モルを基準として) ポリアミンを反応混合物に混和し、低重合体の化学反応を生成できること、が、当業者に明らかである。好ましいアミンは、オクタデシルアミンである。

【0031】本発明のイソシアネート誘導ワックス及び樹脂を作るのに一官能価イソシアネートと反応させるのに好ましいアルコールには、任意の価アルコールがある。例えば、一価アルコールは、任意の脂肪族アルコール【例えば、メタノール、エタノール、(n-及びイソ-)プロパノール、(n-, イソ-, t-)ブタノール、(n-, イソ-, t-などの)ペンタノール、(n-, イソ-, t-などの)ヘキサノール、(n-, イソ-, t-などの)オクタノール、(n-, イソ-, t-などの)ノナノール(nonanol)、(n-及び枝分かれの)デカノール、(n-及び枝分かれの)アンデカノール(undecanols)、(n-及び枝分かれの)デカノール、(n-及び枝分かれの)ヘキサデカノール(hexadecanols)、(n-及び枝分かれの)オクタデカノール(octadecanols)、3-シクロヘキシル-1-プロパノール、2-シクロヘキシル-1-エタノール、シクロ-

キシルメタノール、シクロヘキサノール、4-メチル・シクロヘキサノール、4-エチルシクロヘキサノール、4-tert-ブチルシクロヘキサノールなどのC₄-C₁₂又は高級線形アルコール、任意の枝分かれアルコール、又は任意の環状脂肪族アルコール】と；脂肪族／芳香族アルコール【例えば、ベンジル・アルコール、オクチルノール(nonyl)、及びドデシルフェノール・アルコキシレート又はオクチル、ノニル、及びドデシルフェノール、アルコキシフェノール】と；フェノール、ナフトールなどの芳香族アルコール及びそれらの誘導体と；溶融環状アルコール（例えば、ロジン・アルコール、ヒドロピエチル・アルコール、コレステリン、ビタミンEなど）及びその他の適切なアルコール（例えば、N、N-ジメチル-N-エタノールアミン、ステアラミド・モノエタノールアミン、トリプロピレングリコール・モノメチルエーテル、ヒドロキシブタノン(hydroxybutanon)e)、メントール、イソボルネオール、テルピネオール、1,2-ヒドロキシ・ステアリル・ステアラミドなどと共に；エチレン・グリコール、ジエチレン・グリコール、トリエチレン・グリコール、ジメチロールプロピオン酸、サッカロース（蔗糖）、ポリトラメチレン・グリコール(MW<3000：分子量が3000以下)、ポリプロピレン・グリコール(MW<3000)、ポリエステル・ポリオール(MW<3000)、ポリエチレン・グリコール(MW<3000)、ペンタエリトリット、トリエタノール・アミン、グリセリン、1,6-ヘキサンジオール、N-メチル-N、N-ジエタノール・アミン、トリメチロール・プロパン、N、N、N'、N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)エチレンジアミンなどの多官能価アルコールでよい。好ましいアルコールは、オクタデカノールであらう。

【０３２】本発明のイソシアネート誘導ワックス及び樹脂を作るのに一官能面イソシアネートと反応させるに好ましいアミンには、他の求核試薬機能のグループ（例えば、トリエチルアミン）を除いた三次アミンを例外として、任意の一官能面アミンがある。例えば、モノアミンは、任意の脂肪族１次又は２次アミン〔例えば、メチル・アミン、エチル・アミン、(n-及びイソ-)プロピル・アミン、(n-, イソ-, t-などの)ブチル・アミン、(n-, イソ-, t-などの)ペンチル・アミン、(n-, イソ-, t-などの)ヘキシル・アミン、(n-, イソ-, t-などの)オクチル・アミン、(n-, イソ-, t-などの)ノニル・アミン、(n-及び枝分かれの)デシル・アミン、(n-及び枝分かれの)ウンデシル・アミン、(n-及び枝分かれの)オクタデシル・アミン、(n-及び枝分かれの)ヘキサデシル・アミン、(n-及び枝分かれの)ドデシル・アミン、ジメチル・アミン、ジエチル・アミン、ジ(n-及びイソ-)プロピル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-)ブチル・

ル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)ベンチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)ヘキシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)シクロヘキシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)ヘプチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)オクチル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)デシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)オクタデシル・アミン、ジ(n-, イソ-, t-などの)ドデシル・アミン、シクロヘキシル・アミン、2, 3-ジメチル-1-シクロヘキシル・アミン、ヘビリジン、ヒロリジンなどのC₁₀-C₁₈又は高級線形アミン、任意の枝分かれアミン、又は任意の環状脂肪族アミンと；任意の脂肪族／芳香族アミン（例えば、長い又は付加的なアルキル鎖を有するベンジル・アミン又は類似物質）；アニリン、アニシジンなどの如き芳香族アミン；ロジン・アミン、デヒドロアピエチル・アミン、ジヒドロアピエチル・アミン、ヒドロアピエチル・アミンなどの溶融環状アミン；及びその他のアミン【例えば、アダマンチル（adamanty 1）アミン；イソニペコトアミド（isonipecotamide）；アメリカ合衆国テキサス州オースチンのハントスマン・ケミカル・カンパニーから市販されているM-、D-及びT-シリーズ・ジェファミン（Jeffamines）の如きポリオキシアルキレンモノ-（polyoxyalkylene mono-）、ジ-又はトリアミン；3, 3'-ジアミノ-N-メチル-ジプロピルアミンなど；と共に、ポリエチレン・イミンの如き多官能値アミン；エチレン・ジアミン；ヘキサメチレン・ジアミン；シクロヘキシルジアミンの異性体；1, 3-ペンタジアミン；1, 1, 2-トリデカジアミン；3-ジメチルアミノプロピルアミン；4, 7, 10-トリオキサ-1, 13-トリデカジアミン；ジエチレン・トリアミン；3, 3'-ジアミノ-N-メチルジプロピルアミン；トリス（2-アミノエチル）アミンなど】でよい。好ましいアミンは、オクタデシルアミンである。

【0033】さらに、化合物を含有するヒドロキシル／アミノを用いることもできる（ジ-及び高級多官能値イソシアネートは、ヒドロキシル・グループに対するアミンの反応とは異なる利点を有するし、モノイソシアネートは、選択的にアミンと反応するか、又は、アミン及びヒドロキシル・グループの両方と反応する）。この例には、エタノールアミン、ジエタノールアミンなどがある。

【0034】また、化合物を含有するアミド又は他の求核試薬は、イソシアネート（モノ、ジなど）と反応できる。その例のいくつかには、ウレア、オレアミド、ステアラミドなどがある。

【0035】本発明のイソシアネート誘導体及びワックスに好ましい先駆物質には、モノ-、ジ-及びその他のポリ・イソシアネートがある。モノイソシアネートの例には、オクタデシルイソシアネート；オクチルイソシ

アネート；ブチル及び1-ブチルイソシアネート；シクロヘキシル・イソシアネート；アダマンチル（adamanty 1）イソシアネート；エチルイソシアネート；アセチト；エトキシカルボニルイソシアネート；フェニルイソシアネート；アルファメチルベンジル・イソシアネート；2-フェニルシクロプロピル・イソシアネート；ベンジルイソシアネート；2-エチルフェニルイソシアネート；ペンゾイルイソシアネート；メタ及びパラ・トリルイソシアネート；2-, 3-又は4-ニトロフェニルイソシアネート；2-エトキシフェニル・イソシアネート；3-メトキシフェニル・イソシアネート；4-メトキシフェニルイソシアネート；エチル4-イソシアネートベンゾエート；2, 6-ジメチルフェニルイソシアネート；1-ナフチルイソシアネート；（ナフチル）エチルイソシアネートなどがある。ジイソシアネートの例には、イソホロン・ジイソシアネート（IPDI）；トルエン・ジイソシアネート（TDI）；ジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート（MDI）；水素化ジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート（H₁₂MDI）；テトラメチル・キシレン・ジイソシアネート（TMXD I）；ヘキサメチレン-1, 6-ジイソシアネート（HDI）；ヘキサメチレン-1, 6-ジイソシアネート；ナフチレン（naphthylene）-1, 5-ジイソシアネート；3, 3'-ジメチル-4, 4'-ビフェニルジイソシアネート；3, 3'-ジメチル-4, 4'-ビフェニルジイソシアネート；3, 3'-ジメチル-4, 4'-ビフェニルジイソシアネート；トリメチルヘキサメチレン・ジイソシアネート；テトラメチレン・キシレン・ジイソシアネート；4, 4'-メチレンビス（2, 6-ジエチルフェニル・イソシアネート）；1, 1, 2-ジイソシアネートドデカリン；1, 5-ジイソシアネート-2-メチルペンタン；1, 4-ジイソシアネートブタン；サイクロヘキサレン・ジイソシアネート及びその異性体；HDIのウレチジオン（uretidione）二量体などがある。トリイソシアネート又はこれらの等価物には、TDIなどのトリメチロールプロパン三量体や；TDI、HDI、IPDIなどのイソシアネート三量体や；TDI、HDI、IPDIなどのビウレット三量体がある。高級イソシアネート多官能値の例には、TDI/HDIなどの共重合体や、MDI低重合体がある。

【0036】本発明の相変化インクは、相変化キャリア・システム又は組成物を含有する。一般に、相変化キャリア組成物は、直接印刷モードでの使用、若しくは間接又はオフセット印刷転写システムでの使用に向くように設計してある。直接印刷モードの場合、相変化インクが必要な特性を示すように、相変化キャリア組成物は、一般に、1種類又はそれ以上の化学薬品から作られている。これら特性は、（1）最終受け媒体（印刷媒体）に直接印刷した後に、周囲温度まで冷却した際、印刷媒体

(最終受け媒体)上に相変化インクの薄膜の厚さが均一になることであり、(2)印刷媒体を曲げた際に、その上に形成した画像が割れないように、相変化インクの充分な柔軟性を維持しながら、しなやかさがあることであり、(3)相変化インクが、明るさ、クロマ、透明性及び熱安定性に対して高いレベルを有することである。オフセット印刷転写又は間接印刷モードにおいては、アメリカ合衆国特許第5389958号(特開平6-293178号公報に対応)に記載されているように、相変化キャリア組成物は、上述の特性を有するだけではなく、かかるシステムで使用するのに必要な流体工学及び機械的特性も有するように意図されている。包括的に本発明を意味する相変化キャリア組成物及びこれから作ったインクは、ウレタン樹脂及び/又はウレタン/ウレア樹脂と共に、ポリウレタン・ワックス成分を包含できる。さらに、これらインクを作る際に、モノアミド成分を使用できる。これら成分は、(1つ又はそれ以上の)オプシオン成分を補って、市販の相変化キャリア組成物及びインクを調合できる。1つ又はそれ以上の市販の化学先駆物質を変化させて、本発明のインクのキャリア組成物内に用いる際に、本発明のウレタン樹脂及び混合ウレタン/ウレア樹脂材料を調整して、上述の望ましい特性を得る。

【0037】好適なクロモゲン含有求核試薬分子には、バイヤー(Bayer)に譲渡されたアメリカ合衆国特許第3994835号及び第4132840号や、ミリケン・リサーチ・コーポレーション(Milliken Research Corporation)に譲渡されたアメリカ合衆国特許第4284729号、第4507407号、第4751254号、第4846846号、第4912203号、第5270363号、第5290921号などに記載された染料がある。また、任意のカラー・インデックス(C. I.)ソルベント・ダイズ(Solvent Dyes)、ディスパーズ・ダイズ(Disperse Dyes)、改良したアシド(Acid)及びダイレクト・ダイズ(Direct Dyes)、ベーシック・ダイズ(Basic Dyes)、サルファ・ダイズ(Sulphur Dyes)又はバト・ダイズ(Vat Dyes)が適切であり、イソシアネートと反応できるアルコール、アミン又は他の求核性官能基を含有している。より好ましいクロモゲン含有求核試薬分子は、少なくとも1つのアルコール官能基を含んでいる。最適なアルコール官能基は、酸化ブチレンから誘導した酸化アルキレン炭素鎖、酸化ステレン、酸化エチレン、酸化プロピレン、又はこれらの化合物である。

【0038】本発明の相変化キャリア組成物は、カラー・インデックス(C. I.)ソルベント・ダイズ(Solvent Dyes)、ディスパーズ・ダイズ(Disperse Dyes)、改良したアシド(Acid)及びダイレクト・ダイズ(Direct Dyes)、ベーシック・ダイズ(Basic Dyes)、サルファ・ダイズ(Sulphur Dyes)又はバト・ダ

イズ(Vat Dyes)などの従来の相変化インク着色物質や、及び/又はアメリカ合衆国特許第5621022号(特開平8-239612号公報に対応)に開示されている如き高重合体染料、及び/又は顔料と組み合わせ使用してもよい。代わりに、アメリカ合衆国特許第5780528号(特開平10-72549号公報に対応)に開示されているように、本発明の相変化キャリア組成物が、着色ウレタン樹脂又はウレタン/ウレア樹脂や他のイソシアネート誘導着色樹脂を用いてもよい。着色ウレタン樹脂を用いる場合、これらは、着色材料の総て又は一部で構成してもよい。

【0039】本発明による相変化インク・キャリア組成物及びこれから作ったインクのモノアミド成分は、典型的には、1次又は2次モノアミドのいずれかを包含しているが、好ましくは、2次モノアミドである。1次モノアミドとしては、ウィトコ(Witco)ケミカル・カンパニー製のケマミド(KEMAMIDE)Sの如きステアラドを用いることができる。2次モノアミドとしては、ウィトコ・ケミカル・カンパニー製のベネニル・ベネアミド(benenamide)(KEMAMIDE EX-666)及びステアリル・ステアラミド(KEMAMIDE S-180)は、特に有用なモノアミドである。しかし、ステアリル・ステアラミド(KEMAMIDE S-180)は、本発明の相変化インクを作る際に選択したモノアミドである。

【0040】本発明による相変化キャリア組成物及びそれから作ったインクの他の重要な成分は、少なくとも1つのポリエチレン・ワックスである。好適には、このポリエチレン・ワックスの分子量は、約500から約5000、より好適には、約700から約2000、最適には、約800から約1200である。好ましいポリエチレン・ワックスは、ペトロライト(Petrolite)から入手できるポリワックス(Polywax)850、Polywax 1000又はPolywax 2000である。

【0041】本発明による相変化キャリア組成物及びこれから作ったインクのその他の重要な成分は、少なくとも1つの強化剤である。この強化剤を反応体として追加して、ウレタン樹脂反応生成物を形成する。この強化剤は、好ましくは、ヒドロキシル含有化合物として特徴付けられる。この強化剤は、ヒドロキシル含有ポリカーボネート(hydroxyl containing polycarbonate)、直鎖アルコール・エトキシレート(straight chained alcohol ethoxylate)の如きアルコール性アルコール、ゲルベタイプ枝分かれアルコール(Guerbet-type branched alcohol)、ポリエチレン・ブチレン・モノアルコール、及びこれらの混合物から成るグループから選択された1つである。

【0042】好適には、この相変化キャリア組成物及びこれから作ったインクにおける単一のウレタン樹脂又は複数のウレタン樹脂の総量は、キャリア組成物の重さで、約10%から約60%、より好適には、約15~5

0%、最適には、約20～50%である。また、使用する際に、好適には、相変化キャリア組成物内の単一の混合ウレタン/ウレア樹脂又は複数の混合ウレタン/ウレア樹脂の総量は、同様に、キャリア組成物の重さで、約5%から約30%、より好適には、約10～25%、最適には、約12～20%である。さらに好適には、モノアミド・ワックス及びポリエチレン・ワックスの組合せの総量は、キャリア組成物の重さで、約40%から約70%、より好適には、約45～60%、最適には、約48～57%である。

【0043】モノアミドとポリエチレン・ワックスの比は、好適には、重さで、約2:1から1:2である。

【0044】直接印刷及び間接転写印刷システムに用いる従来の相変化インクは、アメリカ合衆国特許第489560号（日本特許第1884798号に対応）及び第5372852号に記載されている。これらインクは、1種類又はそれ以上の脂肪酸アミド含有物質を含有する相変化インク・キャリアを含んでおり、通常は、相溶性の着色剤と組み合わせたモノアミド・ワックス及びテトラアミド樹脂と、1種類又はそれ以上の粘着付与剤と、1種類又はそれ以上の柔軟剤と、1種類又はそれ以上の抗酸化剤とを含んでいる。好適なテトラアミド樹脂は、ダイマー酸（二重体酸）、エチレン・ジアミン及びステアリン酸の反応生成物であるダイマー酸をベースにしたテトラアミドである。典型的なモノアミドは、ステアリン・ステアラミドである。好適な粘着付与剤樹脂は、水素化アビエチン（ロジン）酸のグリセロール・エステルであり、好適な抗酸化剤は、ニユーラル（Unirayal）ケミカル・カンパニーが商品名ナウガード（Nauuard）524として提供している。本発明に用いるイソシアネート誘導樹脂及び/又はイソシアネート誘導ワックスは、上述の相変化インク・キャリア成分内の1つ以上の成分と置き換えることができるし、本発明のインクは、本発明によるイソシアネート誘導樹脂及び/又はワックスと置換された上述の成分の総てを含有できる。

【0045】イソシアネート誘導樹脂及び/又はイソシアネート誘導ワックスの調合したインクの利点は、従来の相変化インクに対して次のようなものである。

【0046】（1）本発明のウレタン樹脂及び混合ウレタン/ウレア樹脂は、非常に純粋で、塩及び他の不溶性異物に影響されない。これにより、濾過が容易なこれら物質からインクを作れるし、インク・ジェット印刷装置において高い信頼性が得られる。これは、主要な利点である。

【0047】（2）本発明のウレタン樹脂及び混合ウレタン/ウレア樹脂を特別に処理して、インク・ジェット印刷装置内及び出力サブストレート上で、本発明のインクの性質を最適にする物理的特性を与えることができる。これら望ましいインク特性は、アメリカ合衆国特許第5389958号（特開平6-293178号公報に

対応）で基準としている融点、粘度、透明性、ダイナミック機構を含んでいる。

【0048】（3）本発明によるウレタン樹脂及び混合ウレタン/ウレア樹脂を、ポリエチレン・ワックス及びモノアミド成分とのある組み合わせで用いて、従来のインク組成物に対して改良された降伏力対温度特性を示すインク組成物が得られる。これは、従来のインクが可能であった圧力よりも低い圧力で、間接印刷過程での溶融及び転写ステップの間に、インク滴が、上昇した温度で、広がり、溶融できるようにすると共に、インクの摩擦係数を低下させる。

【0049】（4）本明細書に記載したウレタン樹脂、混合ウレタン/ウレア樹脂、モノアミド・ワックス及びポリエチレン・ワックスの混合物は、固相におけるインクの摩擦係数を小さくする。

【0050】多くの他の特許が、相変化インク・ジェットのインクに用いる他の物質について記載している。これら特許の例としては、アメリカ合衆国特許第3653932号、第4390369号、第4484948号、第4684956号、第4851045号、第5006170号、第5151120号、EP出願第0187352号及び第0206286号、PCT特許出願第WO94/04619号などがある。これら他の物質には、パラフィン、微結晶性ワックス、ポリエチレン・ワックス、エステル・ワックス、アミド・ワックス、脂肪酸、脂肪酸アルコール、脂肪酸アミド及び他のワックス物質、スルホンアミド物質、異なる自然資源（例として、タル油ロジン及びロジン・エステル）から作られた樹脂物質、多くの合成樹脂、オリゴマー（低重合体）、ポリマー（高重合体）、コポリマー（共重合体）、及びアイオノマーが含まれる。本発明によるイソシアネート誘導材料を、これら材料の多くの異なる組み合わせから作ったインクに用いることができることは、当業者に明らかである。

【0051】シエグウェーク・ファベンファブリック・キラー、ドクター・ラングアンド・カンパニー（Siegrek Farbenfabrik Keller, Dr. Rung and Co.）に譲渡された上述のアメリカ合衆国特許第5496879号、並びにドイツ国特許第DE4205636AL号及びDE4205713AL号は、相変化又はホット・メルト・グラビア印刷に用いる物質を記載している。本発明のイソシアネート誘導物質は、これら物質と相溶性があり、その用途や、ホット・メルト・インク技術を用いる他の同様な印刷方法において使用できることが、当業者には明らかである。

【0052】相変化印刷を使用する郵便消印、工業的マーク付け、ラベルの如き用途では、減法原色以外の他のインクの色が望ましく、本発明がこれらの必要性に適合することが、当業者には明らかである。【目に見えない】コーディングや、製品へのマーク付け等の用途で

は、赤外線（IR）又は紫外線（UV）吸収染料を本発明のインクに混和できる。

【0053】本発明のインクは、直接又は間接（オフセット）印刷用途で、印刷装置内で等しく良好に使用できる。直接印刷装置で用いる際、サブストレートの表面上に直接相変化着色インクの層を直接的に印刷、又は生成する適切な方法は、次のステップから成る。

(1) (a) 少なくとも 1 種類のイソシアネート誘導樹脂又はワックスを含有する相変化キャリア組成物と、
(b) 相変化相溶性着色物質と、の混合剤を含む固相の相変化インク組成物を形成し、(2) 固相の相変化着色インク組成物を相変化インク供給手段又はプリント・ヘッドに送り、(3) 液相の相変化着色インク組成物が形成されるレベルまで、供給手段又はプリント・ヘッドの動作温度を上昇させ、(4) 供給手段に近接してサブストレートを配置し、(5) 液相の相変化着色インク組成物の所定パターンを上記サブストレートの少なくとも一面に与え、(6) この与えたインク組成物の温度を下げて、固相の相変化インク・パターンを上記サブストレート上に形成する。適切な直接印刷過程は、アメリカ合衆国特許第 5195430 号に詳細に記載されている。

【0054】間接又はオフセット印刷装置で用いる際、中間転写面から転写することにより、サブストレートの表面上に相変化着色インクの層を間接的に印刷、又は生成する適切な方法は、次のステップから成る。

(1) (a) 少なくとも 1 種類のイソシアネート誘導樹脂又はワックスを含有する相変化キャリア組成物と、
(b) 相変化相溶性着色物質と、の混合剤を含む固相の相変化インク組成物を形成し、(2) 固相の相変化着色インク組成物を相変化インク供給手段又はプリント・ヘッドに送り、(3) 液相の相変化着色インク組成物が形成されるレベルまで、供給手段又はプリント・ヘッドの動作温度を上昇させ、(4) 供給手段に近接して中間転写面を配置し、(5) 液相の相変化着色インク組成物の所定パターンを中間転写面に与え、(6) この与えたインク組成物の温度を下げて、第 2 中間温度で固相の相変化インク・パターンを中間転写面上に形成する。

(7) 相変化インクを中間転写面から最終サブストレートに転写する。

(8) 相変化インク組成物をサブストレート上に固定して、印刷した媒体を形成する。この相変化インク組成物は、(a) 第 2 動作温度で圧縮力が増えられたときに、応力が増加することなく、広げられ且つ変形しやすい圧縮降伏応力と、相変化インク組成物がサブストレートに転写され固定されたときに、バンディングをずらし、性質を劣化させることを避けるのに充分な内部結合力と、(b) 固定化の後のサブストレート上での延性とを有する。適切なオフセット又は間接印刷過程は、アメリカ合衆国特許第 5389958 号に詳細に記載されている。

【0055】以下の例及び比較を用いて、本発明を更に詳細に説明する。特に断らない限り、総ての部分及び百分率は重さに対してであり、温度は摂氏である。以下の例は、ただ 1 つの特定の着色剤を取り上げているが、個別の例は単に説明のためであり、減法原色印刷に用いた任意の原色（シアン、黄色、マゼンタ及び黒）を各場合に利用できる点に留意されたい。

【0056】

【実施例】実施例 1 [C-32 直鎖状（リニア）アルコール及びイソホロン・ジイソシアネートの反応]

トルボア（Trubore）攪拌器、N₂ ガス体、追加ファンネル（200 ml）及び熱結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、C-32 直鎖状アルコール（*1）の約 90.0、0 グラム（1.714 モル）を加えると共に、追加ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート（isophorone diisocyanate）（*2）の約 169.1 グラム（0.762 モル）を加えた。アルコールを 130 °C に加熱し、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを 3 分間にわたって加えた。ジブチル錫ジラウレート（dibutyltin dilaurate）（*3）の約 0.22 グラムを追加し、反応混合物を約 145 °C に加熱した。145 °C で約 2 時間経過後、この反応生成物の FT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総ての NCO の官能性が消費されるのを確認した。約 2285 cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約 1540 - 約 1530 cm⁻¹ 及び約 1740 - 約 1680 cm⁻¹ でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140 °C で、フェランティ・シャリー円盤粘度計（Ferranti-Shirley cone-plate viscometer）で測定すると、粘度が約 12.5 cPs（センチポイズ）であった。20 °C /分の走査レートでデュボン 2100 熱量計を用いて差動走査熱量測定法によれば、この物質の T_g を観察できなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（Baker Petrolite）から入手可能な UNILIN 425-C32 である。

*2 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤー・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）I - イソホロンジイソシアネートである。

*3 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能な FASCA 4202 - ジブチル錫ジラウレートである。

【0057】実施例 2 [C-40 直鎖状アルコール及び

黄色反応性着色料とイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体及び熟結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、黄色ポリマー着色料 (*1) の約 20.5 グラム (0.056 当量) 及びイソホロン・ジイソシアネート (*2) の約 25.0 グラム (0.225 当量) を加えた。この混合物を加熱することなく、室温中で攪拌した。1 時間後、温度を約 50°C に上昇させて、攪拌を続けた。約 4 5 分後、ジブチル錫ジラウレート (dibutyltin dilaurate) (*3) の約 0.22 グラムを追加し、反応混合物を約 60°C に加熱した。60°C で約 1 時間経過後、C-40 直鎖状アルコール (*4) の約 114 グラム (0.169 当量) を加えて、この反応生成物を約 135°C に加熱した。約 1 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm^{-1} (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm^{-1} 及び約 1740-約 1680 cm^{-1} のピークの出現 (又は大ききの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で黄色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 45 cPs (センチポイズ) であった。この物質の Tg 及びスペクトラムの強さは測定しなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパータンバーグのミリック・アンド・カンパニー (Milliken and Company) の実験用イエロー (9770-3) である。

*2 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジイソシアネートである。

*3 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

*4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNILIN 550-C-40 である。

【0058】実施例 3 [C-50 直鎖状アルコール及び黄色反応性着色料とイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体及び熟結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、黄色ポリマー着色料 (*1) の約 24.6 グラム (0.067 当量) 及びイソホロン・ジイソシアネート (*

2) の約 25.0 グラム (0.225 当量) を加えた。この混合物を加熱することなく、室温中で攪拌した。約 30 分後、ジブチル錫ジラウレート (dibutyltin dilaurate) (*3) の約 0.22 グラムを追加し、加熱することなく室温中で攪拌した。30 分後、温度を約 50°C まで上昇させ、攪拌を続けた。30 分後、反応生成物を約 100°C に加熱した。約 30 分経過後、C-50 直鎖状アルコール (*4) の約 131.6 グラム (0.158 当量) を加えて、この反応生成物を約 135°C に加熱した。約 1 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm^{-1} (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm^{-1} 及び約 1740-約 1680 cm^{-1} のピークの出現 (又は大ききの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で黄色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 158 cPs (センチポイズ) であった。この物質の Tg 及びスペクトラムの強さは測定しなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパータンバーグのミリック・アンド・カンパニー (Milliken and Company) の実験用イエロー (9770-3) である。

*2 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジイソシアネートである。

*3 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

*4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNILIN 700-C-50 である。

【0059】実施例 4 [C-40 直鎖状アルコール及びイソホロン・ジイソシアネートの反応]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体、追加用ファンネル (2000 ml) 及び熟結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、C-40 直鎖状アルコール (*1) の約 610 グラム (0.904 当量) を加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート (*2) の約 100.0 グラム (0.450 当量) を加えた。アルコールを 100°C に加熱し、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを 5 分間にわたって加えた。ジブチル錫ジラウレート (*3) の約 0.22 グラムを追加し、反応混合物を約 135°C

に加熱した。約2時間経過後、この反応生成物のF-TIR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約21 cP s（センチポイズ）であった。20°C/分の走査レートでデュボラン2100熱量計を用いて差動走査熱量測定法によれば、この物質のT_gを観察できなかった。

なお、*1は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト（Baker Petrolite）から入手可能なUNILIN 550-C40である。

*2は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）Iーイソホロンジソシアネートである。

*3は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0060】実施例5 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート及びC-32直鎖状アルコールとイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア（Trubore）攪拌器、N₂ガス体、追加用ファンネル（200 ml）及び熱結合温度制御器を装備した1000 mlの4つ口樹脂反応釜に、ステアール・ステアラミド（*1）の約250.0グラムと、オクチルフェノール・エトキシレート（octylphenol ethoxylate）（*2）の約144.0グラム（0.560当量）と、ヒドロアビエチル・アルコール（*3）の約84.0グラム（0.234当量）と、C-32直鎖状アルコール（*4）の約91.0グラム（0.173当量）を加え、これと共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート（*5）の約111.5グラム（0.502当量）を加えた。この混合物を125°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶解（約100°C）したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートと共に2分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート（*6）の約0.22グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。約150°Cで2時間経過後、オクチルフェノール・エトキシレート（*2）の約15.0グラム（0.058当量）と、ヒドロアビエチル・アルコール

（*3）の約15.5グラム（0.044当量）と、C-32直鎖状アルコール（*4）の約15.0グラム（0.029当量）と、ジブチル錫ジラウレート（*6）の約0.05グラムを加えると共に、反応生成物を1時間にわたって約150°Cで加熱した。この反応生成物のF-TIR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂/ワックスであり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約13.01 cP s（センチポイズ）であった。この物質のT_gは測定しなかった。

なお、*1は、アメリカ合衆国コネチカット州グリーンウィッチのウイトコ（Witco）コーポレーションから入手可能なS-180ステアール・ステアラミドである。

*2は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ボウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTriton X 15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*3は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン（Hercules Inc.）から入手可能なAbitecである。

*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト（Baker Petrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）Iーイソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0061】実施例6 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール及び黄色反応性着色料とイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体、追加用ファンネル (200 ml) 及び熱結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、ステアリル・ステアラミド (*1) の約 250.0 グラムと、オクチルフェノール・エトキシレート (octylphenol ethoxylate) (*2) の約 131.0 グラム (0.509 当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*3) の約 65.0 グラム (0.184 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*4) の約 71.3 グラム (0.136 当量) とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート (*5) の約 106.0 グラム (0.955 当量) を加えた。この混合物を 145°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートを約 2 分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.22 グラムを追加し、反応生成物を約 145°C まで加熱した。約 145°C で 1 時間経過後、アメリカ合衆国特許第 5231135 号の表 1 の着色料 A に対応する黄色ポリマー着色料の約 40.8 グラム (0.059 1 当量) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.05 グラムを加えて、この反応生成物を約 145°C に維持した。約 1 時間後、オクチルフェノール・エトキシレート (*2) の約 15.0 グラム (0.058 当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*3) の約 15.0 グラム (0.042 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*4) の約 15.0 グラム (0.029 当量) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.05 グラムを加えると共に、反応生成物を 1 時間にわたって約 150°C に維持した。この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能基が消費されるのを確認した。約 2285 cm^{-1} (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm^{-1} 及び約 1740-約 1680 cm^{-1} でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム湯型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で黄色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェンチン・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 15 cP (センチポイズ) であった。この物質の Tg は測定しなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国コネティカット州グリーンウィッチのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な S-180 ステアリル・ステアラミドである。
*2 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・

ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

*3 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウilmington のハーキュレス・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petroleum) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベアー・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能な デスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。
【0062】実施例 7 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール及びシアン反応性着色料とイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体、追加用ファンネル (200 ml) 及び熱結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、ステアリル・ステアラミド (*1) の約 200.0 グラムと、オクチルフェノール・エトキシレート (octylphenol ethoxylate) (*2) の約 104.8 グラム (0.408 当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*3) の約 54.6 グラム (0.154 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*4) の約 57.6 グラム (0.110 当量) とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート (*5) の約 87.4 グラム (0.787 当量) を加えた。この混合物を 125°C に加熱すると共に、窒素中で総ての成分が溶融 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートを約 2 分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.22 グラムを追加し、反応生成物を約 145°C まで加熱した。1 時間経過後、シアン・ポリマー着色料の約 11.5 グラム (0.0226 当量) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.05 グラムを加えて、この反応生成物を約 145°C に維持した。約 1 時間後、オクチルフェノール・エトキシレート (*2) の約 15.0 グラム (0.058 当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*3) の約 15.5 グラム (0.044 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*4) の約 15.0 グラム (0.029 当量) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.05 グラムを加えると共に、反応生成物を 1 時間にわたって約 145°C で加熱

した。この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm^{-1} （NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約 1540 —約 1330 cm^{-1} 及び約 1740 —約 1680 cm^{-1} でのピークの出現（又は大きな増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でシアン固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これらの物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 15.6 cPs （センチポイズ）であった。この物質のT_gは測定しなかった。なお、*1は、アメリカ合衆国コネティカット州グリーンウィッチのウィットコ（Witco）コーポレーションから入手可能なS-180ステアリン・ステアラミドである。*2は、アメリカ合衆国ニュージャージー州ランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPAAL CA-210オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTri-ton X 15オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてIGEPAAL CA-210の代わりに直接代替できる。*3は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤー・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）I-イソホロンジイソシアネートである。*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。*7は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパータンバークのミリケン・アンド・カンパニー（Milliken and Company）の実験用ブルーIII（9495-28）である。【0063】実施例8〔ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、黄色反応性着色料及びポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物〕トルボア（Trubore）攪拌器、N₂ガス体、追加用ファン

ネル（200ml）及び蒸気温度制御器を装備した1000mlの4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシシレート（*1）の約34.7グラム（0.186当量）と、ヒドロアビエチル・アルコール（*2）の約47.8グラム（0.135当量）と、C-32直鎖状アルコール（*3）の約57.0グラム（0.109当量）とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート（*4）の約50.0グラム（0.450当量）を加えた。この混合物を 125°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融（約 100°C ）したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを約2分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート（*5）の約0.15グラムを追加し、反応生成物を約 160°C まで加熱した。約 160°C で1時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール（*6）の約22.4グラム（0.023当量）と、ジブチル錫ジラウレート（*5）の約0.05グラムを加えて、この反応生成物を約 170°C に加熱した。約 170°C で約1時間後、アメリカ合衆国特許第5231135号の表1の着色料Aに対応する黄色ポリマー着色料の約1.7グラム（0.023当量）と、ジブチル錫ジラウレート（*5）の約0.05グラムを加えて、この反応生成物を約 170°C に加熱した。約 170°C で1時間経過後、C-32直鎖状アルコール（*3）の約17.0グラム（0.032当量）を加えると共に、この反応生成物を約 170°C に加熱した。約 170°C で1時間後、この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm^{-1} （NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約 1540 —約 1330 cm^{-1} 及び約 1740 —約 1680 cm^{-1} でのピークの出現（又は大きな増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で黄色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これらの物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 42.9 cPs （センチポイズ）であった。この物質のT_gは測定しなかった。なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州ランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPAAL CA-210オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTri-ton X 15オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてIGEPAAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な *Abitol E* である。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な *UNILIN 425-C-32* である。

*4は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能な *デスモジュール (Desmodur)* I-イソホロンジソシアネートである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な *FASCAT 4202-ジブチル錳ジラウレート* である。

*6は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーボディーのシュタル (STAHL) USA から入手可能な *PC-1122* ポリカーボネート・ポリオールである。

【0064】実施例9 [ヒドロアピエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、シアン反応性着色料及びポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体、追加用ファンネル (200 ml) 及び熱結合温度制御器を装備した 1000 ml の4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシシレート (*1) の約 34.7 g (0.186 当量) と、ヒドロアピエチル・アルコール (*2) の約 47.8 g (0.135 当量) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約 57.0 g (0.109 当量) とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート (*4) の約 50.0 g (0.450 当量) を加えた。この混合物を 125°C に加熱すると共に、総ての成分が溶解 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートを約 2 分間で追加した。ジブチル錳ジラウレート (*5) の約 0.15 g を追加し、反応生成物を約 160°C で加熱した。約 160°C で 1 時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール (*6) の約 22.4 g (0.23 当量) と、ジブチル錳ジラウレート (*5) の約 0.05 g を加えて、この反応生成物を約 170°C に加熱した。170°C で約 1 時間後、シアン・ポリマー着色料 (*7) の約 11.5 g (0.23 当量) と、ジブチル錳ジラウレート (*5) の約 0.05 g を加えて、この反応生成物を約 170°C に加熱した。170°C で 1 時間経過後、C-32直鎖状アルコール (*3) の約 17.0 g (0.032 当量) を加えると共に、この反応生成物を 170°C に加熱した。170°C で 1 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行っ

た。約 285 cm^{-1} (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm^{-1} 及び約 1740-約 1680 cm^{-1} でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でシヤンの固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェラング・シャリー円盤粘度計で測定すると、粘度が約 11.9 cPs (センチポイズ) であった。この物質の Tg は測定しなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州克蘭バリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な *IGEPAL CA-210* オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な *Trition X15* オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応において *IGEPAL CA-210* の代わりに直接代替できる。

*2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な *Abitol E* である。

*3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な *UNILIN 425-C-32* である。

*4 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能な *デスモジュール (Desmodur)* I-イソホロンジソシアネートである。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な *FASCAT 4202-ジブチル錳ジラウレート* である。

*6 は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーボディーのシュタル (STAHL) USA から入手可能な *PC-1122* ポリカーボネート・ポリオールである。

*7 は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパタンバーグのミリケン・アンド・カンパニー (Milliken and Company) の実験用ブルー 111 (9495-28) である。

【0065】実施例 10 [ヒドロアピエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール及び 0.1 当量ポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、 N_2 ガス体、追加用ファンネル及び熱結合温度制御器を装備した 3000 ml の 4

つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート（＊１）の約294.0グラム（1.140モル）と、ヒドロアビエチル・アルコール（＊２）の約400.0グラム（1.140モル）と、C-32直鎖状アルコール（＊３）の約479.0グラム（0.912モル）を加え、追加分ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート（＊４）の約400.0グラム（1.80モル）を加えた。この混合物を125°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶解（約100°C）したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを約10分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート（＊５）の約1.2グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。1時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール（＊６）の約179.0グラム（0.090モル）と、ジブチル錫ジラウレート（＊５）の約0.10グラムを加えて、この反応生成物を約170°Cに加熱した。170°Cで約1時間後、C-32直鎖状アルコール（＊３）の約133.0グラム（0.253モル）を加えると共に、この反応生成物を170°Cに加熱した。170°Cで1時間後、この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530cm⁻¹及び約1740-約1680cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で無色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約38.4cPs（センチポイズ）であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ（Rheometrics Solids Analyzer:RSAII）を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス（Dynamic Mechanical Analysis）により測定したT_gが約18°Cであった。

なお、＊１は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートと、この反応においてIGEPAL CA-210の代わりに直接代替できる。

＊２は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。

- ＊３は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetro-lite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。
- ＊４は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤー・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）I-イソホロンジイソシアネートである。
- ＊５は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。
- ＊６は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーバーのシュタル（STAHL）USAから入手可能なPC-1122ポリカーボネート・ポリオールである。
- 【0068】実施例11【ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール及び0.2当量ポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物】
- 20 トルボア（Trubore）攪拌器、N₂ガス体、追加分ファンネル及び熱結合温度制御器を装備した1000mlの4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート（＊１）の約69.5グラム（0.270モル）と、ヒドロアビエチル・アルコール（＊２）の約95.7グラム（0.270モル）と、C-32直鎖状アルコール（＊３）の約130.0グラム（0.248モル）を加え、追加分ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート（＊４）の約100.0グラム（0.450モル）を加えた。この混合物を125°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶解（約100°C）したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを約3分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート（＊５）の約0.22グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。1時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール（＊６）の約89.6グラム（0.045モル）と、ジブチル錫ジラウレート（＊５）の約0.10グラムを加えて、この反応生成物を約160°Cに加熱した。約1時間後、C-32直鎖状アルコール（＊３）の約15.0グラム（0.029モル）を加えると共に、この反応生成物を160°Cに加熱した。1時間後、この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530cm⁻¹及び約1740-約1680cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で無色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約1

40°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約50cP（センチポイズ）であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ（Rheometrics Solids Analyzer:RSAII）を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス（Dynamic Mechanical Analysis）により測定したT_gが約14°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージ州クランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPA L CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンベリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPA L CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベーク・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）Iーイソホロンジイソシアネートである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

*6は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーボディーのシュタール（STAHL）USAから入手可能なPC-1122ポリカーボネート・ポリオールである。

【0067】実施例12 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール及び0.3当量ポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

デフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽（バス）内に配置した140mlのビーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート（*1）の約6.6グラム（0.0257モル）と、ヒドロアビエチル・アルコール（*2）の約9.0グラム（0.0254モル）と、C-32直鎖状アルコール（*3）の約12.0グラム（0.0229モル）を加える。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融（約100°C）したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネート（*4）の約10.0グラム（0.045モル）と、ジブチル錫ジラウ

レート（*5）の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。2時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール（*6）の約14.3グラム（0.007モル）と、ジブチル錫ジラウレート（*5）の約0.05グラムを加えて、この反応生成物を約170°Cに加熱した。約2時間後、C-32直鎖状アルコール（*3）の約1.4グラム（0.0027モル）を加えた。この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確認した。約2285cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530cm⁻¹及び約1740-約1680cm⁻¹でのピークの出現（又は大きな増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これらの物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約56.8cP（センチポイズ）であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ（Rheometrics Solids Analyzer:RSAII）を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス（Dynamic Mechanical Analysis）により測定したT_gが約10.9°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージ州クランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPA L CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンベリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPA L CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベーク・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）Iーイソホロンジイソシアネートである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

*6は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーボディー

一のシュタル (STAHL) USA から入手可能な PC-1122 ポリカーボネート・ポリオールである。

【0068】実施例13 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール及び0.4 当量ポリカーボネート・ポリオールとイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 ml のビーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (※1) の約6.2 グラム (0.0241 モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (※2) の約8.5 グラム (0.0240 モル) と、C-32 直鎖状アルコール (※3) の約11.4 グラム (0.0217 モル) とを加える。この混合物を120°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (※4) の約10.0 グラム (0.045 モル) と、ジブチル錫ジラウレート (※5) の約0.05 グラムを追加し、反応生成物を約150°C まで加熱した。2時間経過後、ポリカーボネート・ポリオール (※6) の約17.9 グラム (0.009 モル) と、ジブチル錫ジラウレート (※5) の約0.05 グラムを加えて、この反応生成物を約170°C に加熱した。約2時間後、C-32 直鎖状アルコール (※3) の約1.3 グラム (0.0025 モル) を加えた。この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹ 及び約1740-約1680 cm⁻¹ でのピークの出現 (又は大きな増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°C で、フェランチ・シャリー円板粘度計で測定すると、粘度が約96.4 cP s (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer: RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定した T_g が約3.1°C であった。

なお、※1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローネ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチル

ルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替えできる。

※2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

※3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (Baker Petrolite) から入手可能な UNILLIN 425-C-32 である。

※4 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

※5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

※6 は、アメリカ合衆国マサチューセッツ州ビーボディーのシュタル (STAHL) USA から入手可能な PC-1122 ポリカーボネート・ポリオールである。

【0069】実施例14 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール、黄色反応性着色料、C-50 直鎖状アルコール・エトキシレート及びイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trueborn) 攪拌器、N₂ ガス体、追加用ファンネル (200 ml) 及び熱結合温度制御器を装備した1000 ml の4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート (※1) の約32.8 グラム (0.128 当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (※2) の約46.2 グラム (0.128 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (※3) の約67.0 グラム (0.128 当量) と、C-50 直鎖状アルコール (※4) の約76.6 グラム (0.045 当量) と、アメリカ合衆国特許第5231135号の表1の着色料 A に対応する黄色ポリマー着色料の約15.7 グラム (0.023 当量) を加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート (※5) の約50.0 グラム (0.450 当量) を加えた。この混合物を120°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートを約2分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート (※6) の約0.22 グラムを追加し、反応生成物を約150°C まで加熱した。約150°C で2時間経過後、C-32 直鎖状アルコール (※3) の約4.0 グラム (0.008 当量) を加えて、この反応生成物を約150°C で1時間加熱した。この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1

50

540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1880 cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温で黄色の固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェウンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約340 cPs（センチポイズ）であった。この物質のT_gは測定しなかった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTritonX15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNITHOX 750-C-50である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）I-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのセルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク（Elf Atochem North America Inc.）から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0070】実施例15【ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、C-50直鎖状アルコール・エトキシレートの0.2当量、シアン反応性着色料、及びイソホロン・ジソシアネートとの反応生成物】

トルボア（Trubore）攪拌器、N₂ガス体、追加ファンネル（200 ml）及び熱結合温度制御器を装備した1000 mlの4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート（*1）の約32.8グラム（0.128当量）と、ヒドロアビエチル・アルコール（*2）の約46.2グラム（0.128当量）と、C-32直鎖状アルコール（*3）の約67.0グラム（0.128当量）と、C-50直鎖状アルコール（*4）の約7

6.6グラム（0.045当量）とを加えると共に、追加ファンネルにイソホロン・ジソシアネート（*5）の約50.0グラム（0.450当量）を加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融（約100°C）したとき、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートと約2分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート（*6）の約0.22グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。約150°Cで2時間経過後、シアン・ポリマー着色料（*7）の約11.5グラム（0.023当量）を加え、反応混合物を約150°Cで加熱した。150°Cで1時間後、C-32直鎖状アルコール（*3）の約4.0グラム（0.008当量）を加えて、この反応混合物を約150°Cで1時間加熱した。この反応生成物のFT-IR（フーリエ変換赤外分光）を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹（NCO）のピークの不在（消失）と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1880 cm⁻¹でのピークの出現（又は大きさの増加）により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でシアン固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェウンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約38 cPs（センチポイズ）であった。この物質のT_gは測定しなかった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク（Rhône-Poulenc）カンパニーから入手可能なIGEPAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク（Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.）から入手可能なTritonX15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク（Hercules Inc.）から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト（BakerPetrolite）から入手可能なUNITHOX 750-C-50である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション（Bayer Corp.）から入手可能なデスモジュール（Desmodur）I-イソホロンジ

ソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク(Elf Atochem North America Inc.)から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。
*7は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパークンバーグのミリケン・アンド・カンパニー(Milliken and Company)の実験用ブルーIII(9495-28)である。

【0071】実施例16 [ヒドロアピエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、C-50直鎖状アルコール・エトキシレート(0.3当量、シアン反応性着色料、及びイソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

トルボア(Trubore)攪拌器、N₂ガス体、追加用ファンネル(200ml)及び熱結合温度制御器を装備した1000mlの4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート(*1)の約31.0グラム(0.120当量)と、ヒドロアピエチル・アルコール(*2)の約43.5グラム(0.120当量)と、C-32直鎖状アルコール(*3)の約52.0グラム(0.099当量)と、C-50直鎖状アルコール(*4)の約114.9グラム(0.068当量)とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート(*5)の約50.0グラム(0.450当量)を加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを約2分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート(*6)の約0.22グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。約150°Cで2時間経過後、シアン・ポリマー反応性着色料(*7)を含有するヒドロキシルの約11.5グラム(0.023当量)を加え、反応混合物を約150°Cで加熱した。150°Cで1時間後、C-32直鎖状アルコール(*3)の約13.0グラム(0.025当量)を加えて、この反応混合物を約150°Cで1時間加熱した。この反応生成物のFT-IR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540cm⁻¹及び約1530cm⁻¹及び約1740cm⁻¹約1680cm⁻¹でのピークの出現(又は大きさの増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でシアン固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリ-円盤板粘度計で測定すると、粘度が約12.5cPs(センチポイズ)であった。この物質のT_gは測定しなかった。
なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クラン

バリーのローヌ・ポウレンク(Rhone-Poulenc)カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク(Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.)から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーキュレス・インク(Hercules Inc.)から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペカー・ペトロライト(BakerPetrolite)から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペカー・ペトロライト(BakerPetrolite)から入手可能なUNITHOX 750-C-50である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤー・コーポレーション(Bayer Corp.)から入手可能なデスモジュール(Desmodur)I-イソホロンジイソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク(Elf Atochem North America Inc.)から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

*7は、アメリカ合衆国サウスカロライナ州スパークンバーグのミリケン・アンド・カンパニー(Milliken and Company)の実験用ブルーIII(9495-28)である。

【0072】実施例17 [ヒドロアピエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、及びC-50直鎖状アルコール・エトキシレート(0.2当量と、イソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

トルボア(Trubore)攪拌器、N₂ガス体、追加用ファンネル及び熱結合温度制御器を装備した3000mlの4つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート(*1)の約243.0グラム(0.946モル)と、ヒドロアピエチル・アルコール(*2)の約343.0グラム(0.947モル)と、C-32直鎖状アルコール(*3)の約497.0グラム(0.947モル)と、C-50直鎖状アルコール(*4)の約536グラム(0.315モル)とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジイソシアネート(*5)の約350.0グラム(1.577モル)を加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネートを約10分間で追加した。ジブ

チル錫ジラウレート (※6) の約 0.80 グラムを追加し、反応生成物を約 150°C まで加熱した。約 2 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540 ~ 約 1530 cm⁻¹ 及び約 1740 ~ 約 1680 cm⁻¹ でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャーリー円盤板粘度計で測定すると、粘度が約 31 cP (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer: RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定した Tg が約 3°C であった。なお、※1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

※2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーケルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

※3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (Baker Petro-lite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

※4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (Baker Petro-lite) から入手可能な UNITHOX 750-C-50 である。

※5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

※6 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0073】実施例 18 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32 直鎖状アルコール、及び C-50 直鎖状アルコール・エトキシシレートの 0.1 当量と、イソホロン・ジソシアネ

ートとの反応生成物]

テフロン被覆攪拌棒を有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) に配置した 140 ml のピーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート (※1) の約 7.3 グラム (0.0284 モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (※2) の約 10.1 グラム (0.0285 モル) と、C-32 直鎖状アルコール (※3) の約 15.0 グラム (0.0286 モル) と、C-50 直鎖状アルコール・エトキシシレート (※4) の約 7.7 グラム (0.0045 モル) とを加えた。この混合物を 120°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (※5) の約 10.0 グラム (0.045 モル) と、ジブチル錫ジラウレート (※6) の約 0.05 グラムを追加し、反応生成物を約 150°C まで加熱した。150°C で、2 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NCO の官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540 ~ 約 1530 cm⁻¹ 及び約 1740 ~ 約 1680 cm⁻¹ でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャーリー円盤板粘度計で測定すると、粘度が約 30.5 cP (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer: RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定した Tg が約 2.8°C であった。なお、※1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

※2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーケルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

※3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト (Baker Petro-lite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

※4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・

ベトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNITHOX 750-C-50 である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0074】実施例19 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、及びC-50直鎖状アルコール・エトキシレートの0.3当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 mlのビーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約6.6グラム (0.0257モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約9.2グラム (0.0254モル) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約13.4グラム (0.0255モル) と、C-50直鎖状アルコール・エトキシレート (*4) の約23.0グラム (0.0135モル) とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶解 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約10.0グラム (0.045モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹ 及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約29.8 cPs (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer: RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定したT_gが約12.9°Cであった。なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クラバリーのローズ・ポウレンク (Rhone-Poulenc) カンパニーから入手可能なIGEPA LCA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ

合衆国コネティカット州ダンベリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPA LCA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベヤ・ベトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNITHOX 750-C-32 である。

*4は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベヤ・ベトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNITHOX 750-C-50 である。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0075】実施例20 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、及びC-50直鎖状アルコール・エトキシレートの0.4当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 mlのビーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約6.2グラム (0.0241モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約8.7グラム (0.0240モル) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約12.6グラム (0.0240モル) と、C-50直鎖状アルコール・エトキシレート (*4) の約30.6グラム (0.0180モル) とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶解 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約10.0グラム (0.045モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹ 及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認し

た。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 32.7 cP s (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライズ (Rheometrics Solids Analyzer:RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定した Tg が約 21.9°C であった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

*2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーケルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

*4 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNITHOX 750-C-50 である。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベア・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0076】実施例 21 [ヒドロロビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール、2-ヘキサデシルエイコサノール及び黄色反応性着色料と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

トルボア (Trubore) 攪拌器、N₂ ガス体、追加用ファンネル (200 ml) 及び熱結合温度制御器を装備した 1000 ml の 4 つ口樹脂反応釜に、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約 31.0 グラム (0.120 当量) と、ヒドロロビエチル・アルコール (*2) の約 43.5 グラム (0.120 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*3) の約 63.0 グラム (0.12

0 当量) と、2-ヘキサデシルエイコサノール (2-hexadecyltetracosanol) (*4) の約 23.0 グラム (0.04 当量) と、アメリカ合衆国特許第 523135 号の表 1 の着色料 A に対応する黄色ポリマー着色料の約 15.7 グラム (0.0225 当量) とを加えると共に、追加用ファンネルにイソホロン・ジソシアネート (*5) の約 50.0 グラム (0.450 当量) を加えた。この混合物を 120°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネートを約 2 分間で追加した。ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.22 グラムを追加し、反応生成物を約 150°C まで加熱した。約 150°C で 2 時間経過後、C-32 直鎖状アルコール (*3) の約 4.0 グラム (0.008 当量) を加え、反応混合物を約 150°C で 1 時間加熱した。この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NC の官能化が消費されるのを確認した。約 2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm⁻¹ 及び約 1740-約 1680 cm⁻¹ のピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でシアン固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 32.1 cP s (センチポイズ) であった。この物質の Tg 及びスベクトラム強度は測定しなかった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

*2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハーケルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

*4 は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのビスタ (Vista) ケミカル・カンパニーから入手可能な ISO FOL 36-2-ヘキサデシルエイコサノールである。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバー

のベーク・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) 1-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能なFASCA T4202-ジブチル錫ジラウレートである。
【0077】実施例22 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、及び2-ヘキサデシルエイコサノールの0.1当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約7.3グラム (0.0285当量) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約10.1グラム (0.0285モル) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約15.0グラム (0.0286モル) と、2-ヘキサデシルエイコサノール (2-hexadecyleicosanol) (*4) の約2.3グラム (0.0045モル) とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約10.0グラム (0.045モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これらの物理的特性とは、約140°Cで、フェンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約30 cPs (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer:RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定したT_gが約17.3°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバーリーのユニオン・カーバ

イ・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートと、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン (Hercules Inc.) から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーク・ベトロライト (BakerPetroilite) から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのビスタ (Vista) ケミカル・カンパニーから入手可能なISO FOL 36-2-ヘキサデシルエイコサノールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベーク・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) 1-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能なFASCA T4202-ジブチル錫ジラウレートである。
【0078】実施例23 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アルコール、及び2-ヘキサデシルエイコサノールの0.2当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約7.0グラム (0.0272モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約9.6グラム (0.0272当量) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約14.2グラム (0.0270モル) と、2-ヘキサデシルエイコサノール (2-hexadecyleicosanol) (*4) の約4.6グラム (0.0090モル) とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約10.0グラム (0.045モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物

は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円板粘度計で測定すると、粘度が約27.7 cPs (センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer:RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定したT_gが約7.9°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能なTriton X15 オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン市のハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのビスタ (Vista) ケミカル・カンパニーから入手可能なISO FOL 38-2-ヘキサデシルエイコサノールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能なFASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。[0079] 実施例24 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、及び2-ヘキサデシルエイコサノールの0.3当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌子を有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した140 mlのビーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート (*1) の約6.6グラム (0.0257モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約9.0グラム (0.0254当量) と、C-32直鎖状アルコール (*3) の約13.4グラム (0.0255モル) と、2-ヘキサデシルエイコサノール (2-hexadecylcosan

ol) (*4) の約6.9グラム (0.0135モル) とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約10.0グラム (0.045モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行い、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹ (NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹ 及び約1740-約1680 cm⁻¹ のピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円板粘度計で測定すると、粘度が約26.4 cPs (センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer:RSAII) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定したT_gが約7.1°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能なTriton X15 オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン市のハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのビスタ (Vista) ケミカル・カンパニーから入手可能なISO FOL 38-2-ヘキサデシルエイコサノールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベヤ・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク

(Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な F ASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0080】実施例25 [ヒドロアビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、及び2-ヘキサデシルエイコサノールの0.4当量と、イソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽(バス)内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート(*1)の約6.2グラム(0.0241モル)と、ヒドロアビエチル・アルコール(*2)の約8.5グラム(0.0240当量)と、C-32直鎖状アルコール(*3)の約12.6グラム(0.0240モル)と、2-ヘキサデシルエイコサノール(2-hexadecyleicosanol)(*4)の約9.2グラム(0.0180モル)とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、

総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネート(*5)の約10.0グラム(0.045モル)と、ジブチル錫ジラウレート(*6)の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFTIR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現(又は大きさの増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約25.0 cP(センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ(Rheometrics Solids Analyzer:RSAI)を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス(Dynamic Mechanical Analysis)により測定したT_gが約6°Cであった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのロヌ・ポウレンク(Rhone-Poulenc)カンパニーから入手可能なI GEPAL CA-210オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク(Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.)から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてI GEPAL CA-210の代わりに直接代替できる。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン

のハークルズ・インク(Hercules Inc.)から入手可能なAbitol Eである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト(BakerPetrolite)から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのビスタ(Vista)ケミカル・カンパニーから入手可能なISO FOL 36-2-ヘキサデシルエイコサノールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのペーヤ・コーポレーション(Bayer Corp.)から入手可能なデスモジュール(Desmodur)I-イソホロンジイソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク(Elf Atochem North America Inc.)から入手可能なF ASCAT 4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0081】実施例26 [アビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、及びポリ(エチレン/ブチレン)モノ・アルコールの0.1当量と、イソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽(バス)内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート(*1)の約7.3グラム(0.0284モル)と、ヒドロアビエチル・アルコール(*2)の約10.3グラム(0.0285当量)と、C-32直鎖状アルコール(*3)の約15.0グラム(0.0286モル)と、ポリ(エチレン/ブチレン)モノール(poly(ethylene/butylene)mono-ol)(*4)の21.0グラム(0.045モル)とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネート(*5)の約10.0グラム(0.045モル)と、ジブチル錫ジラウレート(*6)の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFTIR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現(又は大きさの増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約72 cP(センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ(Rheometrics Solids Analyzer:RS

AIII)を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定したTgが約-47.6℃であった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能なIGEPA L CA-210オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Com

pany Inc.) から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応においてIGEPA L CA-210の代わりに直接代替でき

る。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン

のハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能なAbitoleである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能なUN I

LIN425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのシェル (Shell) ケミカル・カンパニーから入手可能なKRA

TON Liquid L-1203ポリ (エチレン/ブチレン) モノオールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグ

のベア・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジ

ソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデル

フィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能なF

ASCA T4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0082】実施例27 [アビエチル・アルコール、オ

クチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アル

コール、及びポリ (エチレン/ブチレン) モノ・アル

と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150℃で加熱した。

150℃で、2時間後、この反応生成物のFT-IR

(フーリエ変換赤外分光) を行って、総てのNCOの官

能化が消費されるのを確実にした。約2285cm⁻¹

(NCO) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期

数に対応する約1540-約1530cm⁻¹及び約17

40-約1680cm⁻¹でのピークの出現 (又は大きな

増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹

脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化

させた。この最終生成物は、室温でクリアな固樹脂で

あり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわ

ち、これら物理的特性とは、約140℃で、フェラン

チ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約1

05cPs (センチポイズ) であった。この実施例の固

形樹脂は、柔らかすぎで処置しにくかったので、Tgを

測定できなかった。

なお、*1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クラン

バリーのローズ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カン

パニーから入手可能なIGEPA L CA-210オクチ

ルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ

合衆国コネティカット州ダンバーリーのユニオン・カーバ

イド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー

・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Com

pany Inc.) から入手可能なTriton X15オクチ

ルフェノール・エトキシレートを、この反応においてI

GEPA L CA-210の代わりに直接代替でき

る。

*2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン

のハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能

なAbitoleである。

*3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・

ペトロライト (BakerPetrolite) から入手可能なUN I

LIN425-C-32である。

*4は、アメリカ合衆国テキサス州ハウストンのシェル

(Shell) ケミカル・カンパニーから入手可能なKRA

TON Liquid L-1203ポリ (エチレン/

ブチレン) モノオールである。

*5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバー

グのベア・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手

可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジ

ソシアネートである。

*6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデル

フィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク

(Elf Atochem North America Inc.) から入手可能なF

ASCA T4202-ジブチル錫ジラウレートである。

【0083】実施例28 [アビエチル・アルコール、ス

クチルフェノール・エトキシレート、C-32直鎖状アル

コール、及びポリオキシエチレン (2) ・ステアリル

・エーテルの0.1当量と、イソホロン・ジソシアネ

ート (*5) の約10.0グラム (0.045モル)

50

ートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽(バス)内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート(※1)の約7.3グラム(0.0284モル)と、ヒドロアピエチル・アルコール(※2)の約10.3グラム(0.0285当量)と、C-32直鎖状アルコール(※3)の約15.0グラム(0.0286モル)と、ポリオキシエチレン(2)・ステアリル・エーテル(polyoxyethylene(2) starylether)(※4)の約1.6グラム(0.0045モル)とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネート(※5)の約10.0グラム(0.045モル)と、ジブチル錫ジラウレート(※6)の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現(又は大きな増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約31.0 cP(センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ(Rheometrics Solids Analyzer:RSAII)を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス(Dynamic Mechanical Analysis)により測定したTgが約19.9°Cであった。

なお、※1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク(Rhone-Poulenc)カンパニーから入手可能なIGEPAAL CA-210オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバリーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク(Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.)から入手可能なTritonX15オクチルフェノール・エトキシシレートを、この反応においてIGEPAAL CA-210の代わりに直接代替できる。

※2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハーキュレス・インク(Hercules Inc.)から入手可能なAbiteolである。

※3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト(BakerPetrolite)から入手可能なUNILIN425-C-32である。

※4は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのICIアメリカンズ・インクから入手可能なBRIJ72-ポリエチレン(2)ステアリル・エーテルである。

※5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベーク・コーポレーション(Bayer Corp.)から入手可能なデスモジュール(Desmodur)I-イソホロンジイソシアネートである。

※6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク(Elf Atochem North America Inc.)から入手可能なFASCAT4202-ジブチル錫ジラウレートである。[0084]実施例29 [アピエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシシレート、C-32直鎖状アルコール、及びポリオキシエチレン(2)・ステアリル・エーテルの0.2当量と、イソホロン・ジイソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽(バス)内に配置した140 mlのピーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート(※1)の約7.0グラム(0.0272モル)と、ヒドロアピエチル・アルコール(※2)の約9.8グラム(0.0271当量)と、C-32直鎖状アルコール(※3)の約1.4グラム(0.0270モル)と、ポリオキシエチレン(2)・ステアリル・エーテル(polyoxyethylene(2) starylether)(※4)の約3.2グラム(0.0090モル)とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジイソシアネート(※5)の約10.0グラム(0.045モル)と、ジブチル錫ジラウレート(※6)の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540-約1530 cm⁻¹及び約1740-約1680 cm⁻¹でのピークの出現(又は大きな増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約28.4 cP(センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ(Rheometrics Solids Analyzer:RSAII)を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス(Dynamic Mechanical Analysis)により測定したTgが約12.5°Cであった。

なお、※1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クラン

バリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

*2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

*4 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのICI アメリカンズ・インクから入手可能な BRIJ 72-ポリエチレン (2) ステアрил・エーテルである。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベア・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 420-ジブチル錫ジラウレートである。
【0085】実施例 30 [アビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール、及びポリオキシエチレン (2)・ステアрил・エーテルの 0.3 当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレート上のシリコン・オイル浴槽 (バス) 内に配置した 140 ml のビーカーに、オクチルフェノール・エトキシレート (*1) の約 6.8 グラム (0.0257 モル) と、ヒドロアビエチル・アルコール (*2) の約 9.2 グラム (0.0254 当量) と、C-32 直鎖状アルコール (*3) の約 13.4 グラム (0.0255 モル) と、ポリオキシエチレン (2)・ステアрил・エーテル (polyoxyethylene 2 steryl ether) (*4) の約 4.8 グラム (0.0135 モル) とを加えた。この混合物を 120°C に加熱すると共に、総ての成分が溶融 (約 100°C) したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジソシアネート (*5) の約 10.0 グラム (0.045 モル) と、ジブチル錫ジラウレート (*6) の約 0.05 グラムを追加し、反応生成物を約 150°C まで加熱した。150°C で、2 時間後、この反応生成物の FT-IR (フーリエ変換赤外分光) を行って、総ての NC

O の官能化が消費されるのを確実にした。約 2285 cm^{-1} (NC O) のピークの不在 (消失) と、ウレタン周期数に対応する約 1540-約 1530 cm^{-1} 及び約 1740-約 1680 cm^{-1} でのピークの出現 (又は大きさの増加) により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鑄型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると、粘度が約 26.0 cPs (センチポイズ) であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ (Rheometrics Solids Analyzer: RSAIT) を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス (Dynamic Mechanical Analysis) により測定した Tg が約 4.2°C であった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローヌ・ポウレンク (Rhône-Poulenc) カンパニーから入手可能な IGE PAL CA-210 オクチルフェノール・エトキシレートである。なお、アメリカ合衆国コネティカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク (Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.) から入手可能な Triton X15 オクチルフェノール・エトキシレートを、この反応において IGE PAL CA-210 の代わりに直接代替できる。

*2 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのハークルズ・インク (Hercules Inc.) から入手可能な Abitol E である。

*3 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) から入手可能な UNILIN 425-C-32 である。

*4 は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミングトンのICI アメリカンズ・インクから入手可能な BRIJ 72-ポリエチレン (2) ステアрил・エーテルである。

*5 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベア・コーポレーション (Bayer Corp.) から入手可能なデスモジュール (Desmodur) I-イソホロンジソシアネートである。

*6 は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク (Elf Atochem North America Inc.) から入手可能な FASCAT 420-ジブチル錫ジラウレートである。
【0086】実施例 31 [アビエチル・アルコール、オクチルフェノール・エトキシレート、C-32 直鎖状アルコール、及びポリオキシエチレン (2)・ステアрил・エーテルの 0.4 当量と、イソホロン・ジソシアネートとの反応生成物]

テフロン被覆磁気攪拌バーを有し、攪拌ホットプレー

上のシリコン・オイル浴槽(バス)内に配置した140 mlのビーカーに、オクチルフェノール・エトキシシレート(※1)の約8.2グラム(0.0241モル)と、ヒドロアビエチル・アルコール(※2)の約8.7グラム(0.0240当量)と、C-32直鎖状アルコール(※3)の約12.6グラム(0.0240モル)と、ポリオキシエチレン(2)・ステアリル・エーテル(polyoxyethylene(2) starylether)(※4)の約6.5グラム(0.0180モル)とを加えた。この混合物を120°Cに加熱すると共に、総ての成分が溶融(約100°C)したときに、攪拌を開始する。イソホロン・ジオシアネート(※5)の約10.0グラム(0.045モル)と、ジブチル錫ジラウレート(※6)の約0.05グラムを追加し、反応生成物を約150°Cまで加熱した。150°Cで、2時間後、この反応生成物のFT-IR(フーリエ変換赤外分光)を行って、総てのNCOの官能化が消費されるのを確実にした。約2285 cm⁻¹(NCO)のピークの不在(消失)と、ウレタン周期数に対応する約1540~約1530 cm⁻¹及び約1740~約1680 cm⁻¹でのピークの出現(又は大きな増加)により、これを確認した。最終混合ウレタン樹脂生成物をアルミニウム鋳型に流し込み、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、室温でクリアな固体樹脂であり、その特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー-円錐板粘度計で測定すると、粘度が約24.9 cPs(センチポイズ)であり、レオメトリクス・ソリッド・アナライザ(Rheometrics Solids Analyzer:RSAII)を用いたダイナミック・メカニカル・アナリシス(Dynamic Mechanical Analysis)により測定したT_gが約7.6°Cであった。

なお、※1は、アメリカ合衆国ニュージャージー州クランバリーのローズ・ポウレンク(Rhone-Poulenc)カンパニーから入手可能なIGE PAL CA-210オクチルフェノール・エトキシシレートである。なお、アメリカ合衆国コネチカット州ダンバーのユニオン・カーバイド・ケミカルズ・アンド・プラスチック・カンパニー・インク(Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc.)から入手可能なTriton X15オクチルフェノール・エトキシシレート、この反応においてIGE PAL CA-210の代わりに直接代替できる。

※2は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントン・ハークルズ・インク(Hercules Inc.)から入手可能なAbitol Eである。

※3は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト(Baker Petrolite)から入手可能なUNILIN 425-C-32である。

※4は、アメリカ合衆国デラウェア州ウィルミントンのICIアメリカンズ・インクから入手可能なBRILJ

72-ポリエチレン(2)ステアリル・エーテルである。

※5は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州ピッツバーグのベーク・コーポレーション(Bayer Corp.)から入手可能なデスモジュール(Desmodur)1-イソホロンジオシアネートである。

※6は、アメリカ合衆国ペンシルバニア州フィラデルフィアのエルフ・アトケム・ノース・アメリカ・インク(Elf Atochem North America Inc.)から入手可能なFASCA T4202-ジブチル錫ジラウレートである。【0087】実施例32[黄色ポリエチレン・ワックス・ベースのインク]

ステンレス合金のビーカー内で、実施例1で得た物質の100グラムと、実施例2で得た物質の100グラムと、ポリワックスPE850(※1)の292グラムとを混合させた。これら物質を約140°Cの温度で一緒に溶融し、次に、約125°Cで1時間にわたって温度制御マント(マントル)にて攪拌によりブレンドした。2μのフィルタを用いる加熱した(125°C)モット

(Mott)装置(モット・メタウギカル(Mott Metallurgical)から入手可能)により、5psi(ポンド/平方インチ)の圧力で、このインクを濾過した。濾過したポリエチレン・ベースのインクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャーリー-円錐板粘度計で測定すると粘度が約13.5 cPs(センチポイズ)であり、デュボン2100熱量計を用いて差動走査熱量測定法により測定した融点(約105°C)であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ(RSAII)を用いるダイナミック機械的分析法で測定したT_gが約20°Cであった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の研究試作機のPhaser(登録商標)340型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が155°Cで、ドラム温度が85°Cで、紙の予熱温度が114°Cで、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウィング・アルバート・フリクション/ピール・テスト(Thwing-Albert Friction/Peel Tester)(Model 225-1)による測定によると約0.6であった。また、この完了したプリントは、種々の異なるオフイス用写真複写機で、容易に供給(原稿給紙)できることが判った。しかし、この完了したプリントの耐久性は、プリントを折り曲げた際のインクの過度のはげ落ち破片から良好ではないことが判った。また、引っ掻きに対する耐性も良好ではなかった。

※1は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカ・ペトロライト(Baker Petrolite)カンパニーから入手可能なポリワックスPE850-ポリエチレンであ

る。

【0088】実施例33 [ポリエチレン・ベースのインク及びアミド・ワックス・ベースのインクの物理的混合物から作った黄色混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、本願出願人に譲渡されたアメリカ合衆国特許第5780528号(特開平10-72549号明細書に対応)に記載の実施例12で得たインクの74グラムと、本願実施例32で得たインクの90グラムとを化合させた。これらインクを約125°Cの温度で3時間にわたって溶融し、次に、約125°Cで1/2時間にわたって温度制御マント(マントル)にて攪拌によりブレンドした。2μmのフィルタを用いる加熱した(125°C)モット(Mott)装置(モット・メタウラギカル(Mott Metallurgical)から入手可能)により、5psi(ポンド/平方インチ)の圧力で、このインクを濾過した。濾過したインク混合物を鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャリー・円錐板粘度計で測定すると粘度が約13.2cPs(センチポイズ)であり、デュボン2100熱量計を用いて差動走査熱量測定法により測定した2つの融点が約91°C及び約105°Cであり、レオメーター・ソリッド・アナライザ(RSA11)を用いるダイナミック機械的分析法で測定したT_gが約25°Cであった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式のPhaser(登録商標)340型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が140°Cで、ドラム温度が60°Cで、紙の予熱温度が60°Cで、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウィング・アルバート・フリクション/ピール・テスト(Thwing-Albert Friction/Peel Tester)(Model 225-1)による測定によると約0.6-1.4で変動した。これを、上述のアメリカ合衆国特許出願に記載の実施例12のアミド・ワックス・ベースのインクの約2.6のCOFと同等であった。この際、同じ条件で、別々にプリントした。この完了したブリは、折り曲げた際のインクのはげ落ちに対する耐性が実施例33よりも非常に良好であり、引っ掻きに対する耐性も良好であった。完了したプリントの写真複写機における試験は種々の結果であったが、いくつかの写真複写機では、プリントを原稿給紙できた。これは、アミド・ワックス・ベース自体のインク組成物から作ったプリントの性能を著しく改善したものであった。これらプリントは、試験したいくつかの写真複写機では原稿給紙しなかった。

【0089】実施例34 [ウレタン樹脂及びワックスの混合物から作ったシアン混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、本願出願人に譲渡され

たアメリカ合衆国特許第5780528号(特開平10-72549号明細書に対応)に記載の実施例2で得たシアン着色ウレタン樹脂の248グラムと、本願実施例1で得たウレタン樹脂の124グラムと、上述のアメリカ合衆国特許第5780528号に記載の実施例4で得たウレタン/ウレタン樹脂の124グラムと、ウィットコ(Witco)S-180ステアール・ステアラミド・ワックス(*1)の230グラムと、ポリワックスPE850(*2)の275グラムとを化合させた。これら物質を約125°Cの温度で2時間にわたって溶融し、次に、約125°Cで2時間にわたって温度制御マント(マントル)にて攪拌によりブレンドした。2μmのフィルタを用いる加熱した(125°C)モット(Mott)装置(モット・メタウラギカル(Mott Metallurgical)から入手可能)により、5psi(ポンド/平方インチ)の圧力で、このインクを濾過した。この混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約140°Cで、フェランチ・シャリー・円錐板粘度計で測定すると粘度が約12.2cPs(センチポイズ)であり、デュボン2100熱量計を用いて差動走査熱量測定法により測定した2つの融点が約91°C及び約105°Cであり、レオメーター・ソリッド・アナライザ(RSA11)を用いるダイナミック機械的分析法で測定したT_gが約21°Cであった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式のPhaser(登録商標)340型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が140°Cで、ドラム温度が64°Cで、紙の予熱温度が61°Cで、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウィング・アルバート・フリクション/ピール・テスト(Thwing-Albert Friction/Peel Tester)(Model 225-1)による測定によると約0.6-1.8で変動した。写真複写機におけるこれらの性能は、上述の実施例33で得たプリントと同等であった。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、実施例33のインクによるプリントと非常に類似しており、引っ掻きに対する耐性も良好であった。

なお、*1は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのバーカー・ペトロライト(Baker Petrolite)カンパニーから入手可能なポリワックスPE850-ポリエチレンである。

*2は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウィットコ(Witco)コーポレーションから入手可能なKemamide S-180-ステアール・ステアラミドである。

【0090】実施例35 [ワン・ポット着色樹脂合成から作った黄色混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、実施例 6 から得た溶融黄色着色反応混合物の 420 グラムと、溶融ポリワックス PE850 (*1) の 150 グラムとを化合させた (S-180 アミド・ワックス (*2) は、反応に対して用材として用いているので、既に黄色の反応混合物である)。約 125°C で 1/2 時間において温度制御マント (マントル) にて攪拌によりブレンドした。2 μ のフィルムを用いる加熱した (125°C) モット (Mott) 装置 (モット・メタウラギカル (Mott Metallurgical)) から入手可能) により、5 p s i (ポンド/平方インチ) の圧力で、このインクを濾過した。この濾過した混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フレンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると粘度が約 12.0 cP s (センチポイズ) であり、デュボン 2100 熱量計を用いて差動走査熱量測定法により測定した 2 つの融点約 91°C 及び約 105°C であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ (RSA II) を用いるダイナミック機械的分析法で測定した Tg が約 20°C であった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の Phaser (登録商標) 340 型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が 140°C で、ドラム温度が 60°C で、紙の予熱温度が 60°C で、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウィング・アルバート・フリクション/ピール・テスト (Thwing-Albert Friction/Peel Tester) (Model 225-1) による測定によると約 0.5-1.8 で変動した。写真複写機におけるこれらの性能は、上述の実施例 33 で得たプリントと同等であった。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、非常に良好であり、引っ掻きに対する耐性も良好であった。なお、*1 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) カンパニーから入手可能なポリワックス PE850-ポリエチレンである。

*2 は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な Kemamide S-180-ステアリン・ステアミドである。

【0091】実施例 36 [ワン・ボット樹脂合成及び粉末シアン染料から作ったシアン・ポリカーボネート改質混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、実施例 11 で得たクリアな反応混合物の 225 グラムと、Witco S-180 ステアリン・ステアミド (*1) の 169 グラムと、ポリワックス PE850 (*2) の 106 グラムとを化合させた。これら物質は、オープン内にて約 135°C の温

度で互いに溶融され、約 125°C で 1/2 時間にわたって温度制御マント (マントル) にて攪拌によりブレンドした。このクリアなインク・ベースにソルベント (Solvent) ブルー 44 を追加し、その結果の混合物を更に 2 時間にわたって 125°C で攪拌した。2 μ のフィルムを用いる加熱した (125°C) モット (Mott) 装置 (モット・メタウラギカル (Mott Metallurgical)) から入手可能) により、5 p s i (ポンド/平方インチ) の圧力で、このインクを濾過した。この濾過し改質した混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終シアン・インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フレンチ・シャーリー円錐板粘度計で測定すると粘度が約 13.1 cP s (センチポイズ) であり、デュボン 2100 熱量計を用いて差動走査熱量測定法により測定した 2 つの融点約 88°C 及び約 100°C であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ (RSA II) を用いるダイナミック機械的分析法で測定した Tg が約 33°C であった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の Phaser (登録商標) 340 型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が 140°C で、ドラム温度が 60°C で、紙の予熱温度が 60°C で、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウィング・アルバート・フリクション/ピール・テスト (Thwing-Albert Friction/Peel Tester) (Model 225-1) による測定によると約 0.6-2.0 で変動した。写真複写機におけるこれらの性能は、上述の実施例 33 で得たプリントと同等であった。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、非常に良好であり、引っ掻きに対する耐性も良好であった。なお、*1 は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な Kemamide S-180-ステアリン・ステアミドである。

*2 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのペーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) カンパニーから入手可能なポリワックス PE850-ポリエチレンである。

【0092】実施例 37 [ワン・ボット・ポリカーボネート改質着色樹脂から作った黄色ポリカーボネート改質混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、実施例 8 で得た黄色反応混合物の 225 グラムと、Witco S-180 ステアリン・ステアミド (*1) の 137.5 グラムと、ポリワックス PE850 (*2) の 137.5 グラムとを化合させた。これら物質は、オープン内にて約 135°C の温度で互いに溶融され、約 125°C で 1 時間にわたって温度制御マント (マントル) にて攪拌によりブレンド

した。2 μm のフィルタを用いる加熱した (125°C) モット (Mott) 装置 (モット・メタウラギカル (Mott Metallurgical) から入手可能) により、5 psi (ポンド/平方インチ) の圧力で、このインクを濾過した。この濾過し改質した混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると粘度が約 13.1 cPs (センチポイズ) であり、デュボン 2100 熱重計を用いて差動走査熱量測定法により測定した2つの融点が約 88°C 及び約 100°C であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ (RSA11) を用いるダイナミック機械的分析法で測定した2つのTgが約 2°C 及び約 30°C であった。このインクのスเปクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の Phaser (登録商標) 340 型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が 140°C で、ドラム温度が 62.5°C で、紙の予熱温度が 60°C で、このインクによるプリントを行った。完了したプリントのガラスに対する摩擦係数は、トウニング・アルバート・フリクション/ピール・テスト (Thwing-Albert Friction/Peel Tester) (Model 225-1) による測定によると約 0.5-1.1 で変動した。写真複写機におけるこれらの性能は、上述の実施例 33 で得たプリントと同等であった。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、非常に良好であり、引っ掻きに対する耐性もとても良好であった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な Kemamide S-180-ステアール・ステアラミドである。

*2 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) カンパニーから入手可能なポリワックス PE850-ポリエチレンである。

【0093】実施例 38 [ワン・ポット「ユニトックス (Unithox)」改質着色樹脂から作ったシアン「ユニトックス」改質混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、実施例 15 で得たシアン反応混合物の 250 グラムと、Witco S-180 ステアール・ステアラミド (*1) の 153 グラムと、ポリワックス PE850 (*2) の 153 グラムとを混合させた。これら物質は、オープン内に約 120°C の温度で互いに溶解され、約 125°C で 1 時間にわたって温度制御マント (マントル) にて攪拌によりブレンドした。2 μm のフィルタを用いる加熱した (125°C) モット (Mott) 装置 (モット・メタウラギカル (Mott Metallurgical) から入手可能) により、5 psi (ポンド/平方インチ) の圧力で、このインクを濾過した。この濾

過し改質した混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終シアン・インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると粘度が約 11.1 cPs (センチポイズ) であり、デュボン 2100 熱重計を用いて差動走査熱量測定法により測定した2つの融点が約 88°C 及び約 100°C であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ (RSA11) を用いるダイナミック機械的分析法で測定した Tg が約 33°C であった。このインクのスเปクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の Phaser (登録商標) 340 型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が 140°C で、ドラム温度が 65°C で、紙の予熱温度が 66°C で、このインクによるプリントを行った。完了したプリントの摩擦係数は、測定しなかった。しかし、写真複写機での性能は、上述の実施例 33 により得たプリントに匹敵した。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、良好であり、引っ掻きに対する耐性もとても良好であった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な Kemamide S-180-ステアール・ステアラミドである。

*2 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) カンパニーから入手可能なポリワックス PE850-ポリエチレンである。

【0094】実施例 39 [ワン・ポット「イソフォル (Isofol)」改質着色樹脂から作った黄色「イソフォル」改質混成インク]

ステンレス合金のピーカー内で、実施例 21 で得た黄色反応混合物の 200 グラムと、Witco S-180 ステアール・ステアラミド (*1) の 122 グラムと、ポリワックス PE850 (*2) の 122 グラムとを混合させた。これら物質は、オープン内に約 120°C の温度で互いに溶解され、約 125°C で 2 時間にわたって温度制御マント (マントル) にて攪拌によりブレンドした。

2 μm のフィルタを用いる加熱した (125°C) モット (Mott) 装置 (モット・メタウラギカル (Mott Metallurgical) から入手可能) により、5 psi (ポンド/平方インチ) の圧力で、このインクを濾過した。この濾過し改質した混成インクを鋳型に注ぎ、固化させて、インク・スティックを形成した。この最終黄色インク生成物の特徴は、以下の物理的特性で表せる。すなわち、これら物理的特性とは、約 140°C で、フェランチ・シャリー円錐板粘度計で測定すると粘度が約 10.8 cPs (センチポイズ) であり、デュボン 2100 熱重計を用いて差動走査熱量測定法により測定した2つの融点

約 88℃及び約 100℃であり、レオメーター・ソリッド・アナライザ (RSA II) を用いるダイナミック機械的分析法で測定した Tg が約 4.1℃であった。このインクのスペクトラム強度は測定しなかった。このインクを、オフセット転写プリント処理形式の Phase r (登録商標) 340 型プリンタに装填した。プリント・ヘッド温度が 140℃で、ドラム温度が 60℃で、紙の予熱温度が 60℃で、このインクによるプリントを行った。完了したプリントの摩擦係数は、測定しなかった。しかし、写真複写機での性能は、上述の実施例 33 により得たプリントに匹敵した。この完了したプリントを折り曲げた際、インクのはげ落ちに対する耐性は、良好であり、引っ掻きに対する耐性もとても良好であった。

なお、*1 は、アメリカ合衆国テネシー州メンフィスのウイトコ (Witco) コーポレーションから入手可能な Kemamide S-180-ステアール・ステアラミドである。

*2 は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト (Baker Petrolite) カンパニーから入手可能なポリワックス PE 850-ポリエチレンである。

【0095】本発明の相変化インク成分は、着色樹脂が約 0 重量%から約 75 重量%で、無色 (colorless) 樹脂が約 0 重量%から約 75 重量%で、化合したワックスが約 25 重量%から約 75 重量%である。より好適には、着色樹脂が約 0 重量%から約 50 重量%で、無色樹脂が約 0 重量%から約 50 重量%で、化合したワックスが約 25 重量%から約 75 重量%である。最適には、着色樹脂が約 0 重量%から約 40 重量%で、無色樹脂が約 0 重量%から約 40 重量%で、化合したワックスが約 4 *

*0 重量%から約 60 重量%である。

【0096】本発明の特定実施例について上述したが、本発明の要旨を逸脱することなく種々の変更、変形及び変種が可能ながことが明らかであろう。例えば、ウレタン反応生成物を得る際、必要な理論比を維持して、適切なイソシアネートと共に単一のアルコール先駆物質又は多数のアルコール先駆物質を用いてもよいことに留意されたい。ウレタン/ウレア反応生成物を得る際、適切な理論比で、単一又は多数のアルコール及びアミド先駆物質を用いてもよい。上述の例では、直鎖又はリニア-飽和脂肪族アルコールを、特に 32、40 及び 50 炭素原子の炭素連鎖長を有するものとして特定したが、炭素連鎖長は、32、40 及び 50 炭素原子付近を中心とする分布、実際には、例示した反応生成物に著しく影響を及ぼすことなく、例えば、約 28 から約 36 まで、約 36 から約 44 まで、約 46 から約 54 まで夫々変化する分布にもできる点に留意されたい。アルコールの炭素連鎖長は、アメリカ合衆国オクラホマ州タルサのベーカー・ペトロライト・コーポレーションの Unilin (商標) アルコールの如き市販のアルコールをベースにした約 210 程度まで高くできる点にも留意されたい。例えば、約 32、約 40 及び約 50 の炭素連鎖長のリニア-飽和脂肪族アルコールの混合物を、イソシアネート及び他のアルコールと反応させて、ウレタン樹脂を形成することもできる。よって、かかる総ての変形変更は、本発明の要旨範囲内である。

【0097】

【発明の効果】上述の如く、本発明のウレタン樹脂を相変化インクに用いた際に、粘性を比較的低くでき、このインクによる画像出力の耐久性を改善できる。

フロントページの続き

(72)発明者 ウォルフガング・ジー・ウェドラー
アメリカ合衆国 オレゴン州 97062 ト
ッアラティン サウス・ウェスト モーホ
ーク・ストリート 8325 ナンバー236

(72)発明者 ダニエル・アール・ハーン
アメリカ合衆国 オレゴン州 97062 ト
ッアラティン サウス・ウェスト シック
スティー・エイズ 19752

(72)発明者 ジェフリー・エイチ・バニング
アメリカ合衆国 オレゴン州 97124 ヒ
ルズボロ ノース・イースト シックス
ティーンズ・アベニュー 484